

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química



**Universidad
Carlos III de Madrid**

DESARROLLO DE MICROESTRUCTURAS DUALES EN ACEROS DE BAJA ALEACIÓN SINTERIZADOS

**INGENIERÍA INDUSTRIAL
PROYECTO FIN DE CARRERA**

AUTORA:

Laura Córdova González

Ingeniería Industrial, Intensificación Materiales

TUTORES:

Dra. MÓNICA CAMPOS GOMEZ

Dr. JOSÉ MANUEL TORRALBA CASTELLÓ

Agradecimientos

El tiempo pasa muy rápido y parece que fue ayer cuando empecé a estudiar en esta universidad. A lo largo de estos años he aprendido mucho, en algunas ocasiones se ha hecho difícil el camino, pero al final lo que queda son las buenas experiencias y los conocimientos adquiridos. Parte de estas experiencias se deben en gran medida a todos aquellos que me han acompañado durante esta etapa: los profesores, amigos y compañeros de clase.

Me gustaría agradecer especialmente a los que han hecho posible la realización de esta investigación: Mónica Campos y José Manuel Torralba, dos grandes profesores, profesionales y sobre todo buenas personas. Sin su apoyo, conocimiento y ayuda no hubiera podido llevar a cabo este trabajo. Tanto durante sus clases como al dirigir este proyecto siempre me han contagiado su entusiasmo por el mundo de los materiales y por la pulvimetalurgia.

A Elena, Rober, Nerea y Vanesa por sus consejos y su disposición en todas las medidas y ensayos de laboratorio en los que he contado con su ayuda.

Por supuesto a mi familia, que ha sido incondicional conmigo y me ha apoyado siempre en las decisiones que he tomado. También a los amigos, he conocido grandes personas durante mi etapa universitaria y me llevo el aprendizaje y las memorias que he compartido con ellos.

Muchas gracias a todos.

Índice de Contenidos

Resumen	7
Abstract	9
1. Introducción	13
1.1 Antecedentes Históricos	13
1.2 Etapas de la ruta PM	15
1.2.1 Obtención de los materiales en forma de partícula	16
1.2.1.1 Métodos químicos	17
1.2.1.2 Métodos físicos	18
1.2.1.3 Métodos mecánicos	19
1.2.2 Mezcla y homogenización	20
1.2.3 Compactación	21
1.2.4 Sinterización	22
1.2.4.1 Interacción del compacto base Fe con la atmósfera de sinterización	25
1.2.4.2 Atmósfera de sinterización Endotérmica	26
1.2.4.3 Atmósfera de sinterización basada en Nitrógeno	27
1.2.4.4 El Carbono como elemento reductor durante la sinterización	28
1.3 Aceros PM de Baja Aleación	31
1.3.1 Elementos y métodos de aleación	32
1.3.1.1 Fósforo	33
1.3.1.2 Molibdeno	35
2. Motivación y Objetivos	39
3. Materiales y Procedimiento Experimental	43
3.1 Materiales	43
3.2 Obtención de las probetas	44
3.2.1 Mezcla	45
3.2.2 Compactación	46
3.2.3 Sinterización	46

3.3 Determinación de propiedades	47
3.3.1 Contenido en Carbono combinado	47
3.3.2 Densidad	48
3.3.3 Evaluación de propiedades mecánicas	50
3.3.3.1 Dureza	50
3.3.3.2 Ensayos de tracción	52
3.3.4 Estudio Microestructural	53
4. Resultados y Discusión	59
4.1 Contenido de Carbono combinado	59
4.2 Densidad	61
4.3 Análisis de la porosidad	64
4.4 Estudio microestructural	65
4.5 Propiedades Mecánicas	70
4.5.1 Dureza	70
4.5.2 Propiedades de Tracción	72
4.6 Comparación de Propiedades mecánicas con Aceros Comerciales PM	76
5. Conclusiones	81
Bibliografía	85

Resumen

La Pulvimetalurgia ha experimentado un gran avance desde hace varias décadas, ya que consiste en una técnica de fabricación que se caracteriza por el ahorro de material, la posibilidad de acometer grandes lotes de producción, bajo coste en general y piezas de alta complejidad en su geometría además de buenas tolerancias. Estos factores han hecho que en muchas ocasiones resulte más ventajoso producir ciertos materiales y piezas mediante esta técnica en lugar de otras alternativas más tradicionales como forja, moldeo y extrusión.

Además, la pulvimetalurgia tiene la ventaja de poder desarrollar un amplio rango de nuevos materiales, aleaciones, microestructuras y propiedades. Si se controlan correctamente cada una de las etapas que constituyen esta técnica de fabricación, en especial el proceso de sinterizado (que en ocasiones resulta el más crítico) es posible obtener materiales con propiedades muy específicas para una aplicación, lo que tiene como consecuencia la existencia de un nicho único para la pulvimetalurgia y la posibilidad de seguir desarrollando y expandiendo su potencial en mayor medida que otros métodos de fabricación más convencionales.

Históricamente los elementos de aleación más utilizados en aceros de baja aleación han sido el Carbono, Cobre, Níquel, Molibdeno y Fósforo, debido a las buenas propiedades que adquieren las piezas sinterizadas con estos aleantes.

En este trabajo se centra en estudiar un sistema formado por los siguientes elementos: Fe-C-P-Mo. Se busca analizar cómo influyen los cambios en el contenido de Carbono, además de las condiciones de sinterización para sus propiedades mecánicas y la microestructura obtenida.

Con los resultados que se obtengan se espera encontrar las condiciones óptimas para procesar aceros sinterizados de baja aleación que tengan propiedades adecuadas para aplicaciones concretas con un ahorro elevado en elementos de aleación y por consiguiente baja contaminación derivada de la obtención de las materias primas.

Abstract

Powder Metallurgy has experienced a great advance some decades ago, due to it being a manufacturing technique which is characterized by material saving, big production batches, low cost in general and geometry parts with high complexity and good tolerance. Those factors have a consequence that are several times more advantageous producing through means such as powder metallurgy with certain materials and parts, instead of other more conventional techniques such as forging, cast, extrusion.

Furthermore, powder metallurgy has the advantage of being able to develop a wide range of new materials, alloys, microstructures and properties. If every phase of this manufacturing technique is controlled correctly, especially sintering process (which used to be the most critical one), it is possible to obtain materials with very specific properties for a particular application. As a consequence of this, there is the existence of a unique niche for powder metallurgy and the possibility of continuing development and expanding its potential further than other more conventional manufacturing methods.

Historically the most used alloy elements in low alloy steels have been Carbon, Copper, Nickel, Molybdenum and Phosphorus, due to all good properties acquired by sintered parts with this kind of alloying elements.

This project is focused on studying a system constituted by the following elements: Fe, C, P, Mo. This document seeks to analyze, specifically, the influence of changes in Carbon content, moreover the sintering conditions for mechanical properties and microstructure.

It is expected, with the obtained results, to find optimal conditions to process low alloy sintered steels with suitable properties for particular applications, minimum quantities of alloy elements and in consequence low contamination derived of base materials obtaining.

1. Introducción

1. Introducción

1.1 Antecedentes Históricos

La Tecnología de polvos tiene una larga historia. Es considerado que fue iniciada con la fabricación de artículos de porcelana al inicio de la civilización humana [1].

EL origen de productos metálicos fue probablemente cuando eran producidos por tecnología de polvos algunos objetos de Hierro en 3000 a.C en la civilización Egipcia. Además, se conoce que en las afueras de Nueva Delhi, India a principios de 400 d.C fue construido el pilar de Hierro de Chandragupta en el Qutab Minar con un 99,7% de pureza, como se observa en la Figura 1, esta pieza de gran majestuosidad también tiene orígenes en la pulvimetalurgia. Fue fabricado a partir de polvo de Hierro reducido por sinterización y consolidado por forja.



Figura 1. Pilar de Delhi, en Qutab Minar

El pilar ha sido reconocido como una de las maravillas del mundo y no se ha oxidado en más de 15 siglos.

La PM como técnica de aplicación industrial aparece, por primera vez, con el científico ruso P. Sobolevsky, cuando, en 1827, empleó el método de fabricar monedas prensando, sinterizando y acuñando polvos de platino. No obstante, muchas veces se relaciona el principio de la metalurgia de polvos con la fabricación de las varillas coherentes de platino, a partir del polvo obtenido por reducción del cloroplatinato amónico, que W. H. Wollaston divulgó en 1829.

En 1900 aparece el osmio, que Auer von Welsbach aplicó a la fabricación de filamentos de lámparas. Los materiales se aglutinaban y trefilaban y luego se

sinterizaban por el paso directo de la corriente eléctrica. A partir de 1910 se sustituye el osmio por el Wolframio, obtenido por el mismo procedimiento. Poco después en 1920, se empezaron a fabricar bronce porosos autolubrificantes, para la industria de la automoción.

El mayor avance de esta tecnología corresponde a la aparición, en 1923, de las aleaciones de carburo de Wolframio aglomeradas con cobalto, comercializadas, desde 1930, por Krupp, bajo el nombre de widia, de gran utilidad como herramientas de corte. El acero sinterizado no aparece hasta el 1936, pero enseguida adquiere importancia [2].

Durante la Segunda Guerra Mundial, comenzó a florecer la tecnología de fabricación de gran variedad de polvos féreos y no-féreos, incluyendo materiales compuestos.

A lo largo de los años 40 es cuando comienza a crecer y a expandirse la técnica de procesado mediante polvos metálicos. Los primeros aceros pulvimetalúrgicos se basaban en una mezcla de Fe-Cu, aunque el Cobre como elemento de aleación tiene numerosas ventajas como su poca afinidad por el oxígeno, tenía muchos inconvenientes como la formación de fase líquida que daba como resultado porosidad secundaria y bajo control dimensional, por lo que no compensaba su fabricación.

A continuación se introdujo el Níquel como elemento principal de aleación, ya que mejoraba las propiedades mecánicas de las piezas, en combinación con el Cobre tiene un efecto positivo debido a que produce un efecto de contracción lo que compensa el hinchamiento del Cobre.

En los años 70 comienzan a fabricarse piezas con superiores propiedades mecánicas y robustez debido a la composición Ni, Cu y Mo aleados por difusión a polvo base de Hierro atomizado por agua [3].

Sin embargo en la actualidad se ha reducido la producción de piezas con contenido de Níquel debido a su clasificación como sustancia peligrosa.

Debido a los elevados precios de los componentes de aleación en la industria pulvimetalúrgica desde inicios de este siglo en Höganäs (Suecia) se han continuado las investigaciones para la obtención, estudio y desarrollo de materiales con contenidos bajos en elementos de aleación, así en el año 2010 se lanzó un nuevo material: Distaloy AQ y el año siguiente Astaloy CrA, ambos elementos con bajo contenido en aleantes: Fe - 0,5Ni -0,5Mo (el primero) y Fe - 1,8Cr (el segundo).

En general se puede decir que estas investigaciones se centran en lograr obtener materiales que satisfagan las características de la industria demandante, utilizando la menor cantidad de elementos de aleación para minimizar el impacto sobre el medio ambiente a través del procesado y los residuos, así como disminuir costes referentes a las materias primas utilizadas [4].

1.2 Etapas de la ruta PM

Para obtener las muestras sinterizadas de los aceros en estudio se han realizado una serie de operaciones que se describen en este apartado y que se pueden ver en el siguiente esquema. Las etapas a seguir van desde la obtención de los polvos con la composición adecuada hasta la sinterización de las probetas compactadas a una temperatura y atmósferas protectoras determinadas. En la figura 2 se muestra el esquema de esta Tecnología.



Figura 2. Pasos básicos del proceso de pulvimetalurgia (Adaptada de Fig.1.2 [1])

1.2.1 Obtención de los materiales en forma de partícula

Conocer el proceso de fabricación de los polvos empleados en pulvimetalurgia nos da una primera estimación de sus características, tales como tamaño y forma. Casi todos los materiales pueden ser transformados en polvo, pero la elección del método para su fabricación depende de una serie de factores como: coste, propiedades y características deseadas [5].

En todas las técnicas de fabricación de polvos es liberada mucha energía para crear área superficial. El resultado obtenido depende del proceso con variaciones entre 1 μm a 1000 μm .

Entre las características más estudiadas que dependen del proceso de manufactura del polvo se enumeran las siguientes:

- 1) Composición química y estructura
- 2) Tamaño y forma de partícula
- 3) Topografía de la superficie de la partícula
- 4) Área superficial
- 5) Densidad Aparente
- 6) Compresibilidad
- 7) Resistencia en verde
- 8) Velocidad de flujo

Las principales categorías para la fabricación de polvos están basadas principalmente en trituración mecánica, reacciones químicas, deposición electrolítica, atomización y condensación de vapor. A continuación se agrupan los principales métodos para obtener el material pulvimetalúrgico:

- Métodos químicos
- Métodos físicos
- Métodos mecánicos

1.2.1.1 Métodos químicos

Los métodos químicos y físico-químicos para la producción de polvos metálicos permiten grandes variaciones en las propiedades finales del material. Esta amplia diferencia de variables de procesado y producción dejan lugar a un control más restrictivo del tamaño y la forma de las partículas. Los procesos más utilizados en esta categoría incluyen la reducción de óxidos, precipitación de una solución y descomposición térmica [6].

La reducción de óxidos es un método que se emplea para obtener polvo de Hierro, Cobre, Wolframio y en pequeña escala para cobalto y Níquel. En este proceso los óxidos metálicos se calientan bajo atmósferas reductoras para la obtención de escorias. Una de las características fundamentales de este método es la presencia de poros en cada partícula, por lo que es llamado polvo de esponja. Esta morfología tan característica está controlada por el tamaño y cantidad de poros y tiene una gran influencia en la resistencia en verde (facilidad de compactación) y la sinterabilidad de dichos polvos.

Las condiciones de procesado de la reducción de óxidos están basadas en el equilibrio para reacciones de reducción usando hidrógeno, monóxido de Carbono y Carbono como medio reductor. Tras la primera reducción, el polvo de Hierro obtenido se somete a varias fases de molienda y etapas de reducción alternantes. Las partículas resultantes mediante este proceso tienen formas esféricas o angulares con tamaño uniforme.

Uno de los procesos químicos que más se utiliza en la fabricación de polvos metálicos es la Electrólisis [7]. Este proceso fue hace un tiempo estándar para la producción de polvo de Cobre e incluso fue usado para producir polvo de Hierro antes de que el proceso de Hierro esponja fuera desarrollado.

En el caso del Hierro, el metal es depositado sobre acero inoxidable utilizando cátodos de acero bajo en Carbono. El electrolito puede ser sulfato o cloruro. El depósito se llena de Hierro de alta pureza el cual es bastante denso y debido al hidrógeno también muy frágil por lo que puede ser reducido a polvo mediante

molienda. Después de realizar el recocido se suaviza y se obtiene un material con la adecuada dureza y pureza.

1.2.1.2 Métodos físicos

Dentro de los métodos físicos, la atomización resulta el más empleado en producciones a grande escala.

La atomización representa la rotura de un líquido en gotas, lo cual puede lograrse de diferentes formas: pulverización a través de una boquilla presurizada, por vertido en un disco rotatorio, electrostáticamente o ultrasónico.

La mayoría de la práctica e investigación sobre atomización conlleva el procesamiento de materiales naturalmente en estado líquido o en forma de líquido a temperatura ambiente. Los metales fundidos se elevan a muy altas temperaturas para producir bajas viscosidades (pero generalmente alta tensión superficial) lo que será referido como "fundidos". Sin embargo, la viscosidad cinemática del acero fundido, por ejemplo, es muy similar a la del agua, lo que puede ser utilizado para modelar algunos aspectos del comportamiento de su flujo [8]. Después de obtener el polvo se realiza un recocido de las partículas en atmósfera reductora para reblandecerlas y eliminar los óxidos.

La viscosidad cinemática representa la característica propia del líquido desechando las fuerzas que generan su movimiento. Se obtiene mediante el cociente entre la viscosidad dinámica o absoluta (μ) y la densidad (ρ) de la sustancia en cuestión: $\nu = \mu / \rho$ (m^2/s) [9].

Las propiedades del polvo así como su forma y tamaño varían en dependencia de ciertas variables como la energía del haz, temperatura del fundido, viscosidad, tensión superficial, entre otras. En general la forma de las partículas de polvo obtenidas mediante este método tienen forma irregular, aunque con una presión adecuada y enfriamiento lento se pueden obtener formas esféricas.

En general existen: atomización en agua, en aceite, en gas y atomización centrífuga. En la figura 3 se muestra un esquema del proceso de atomización en agua.

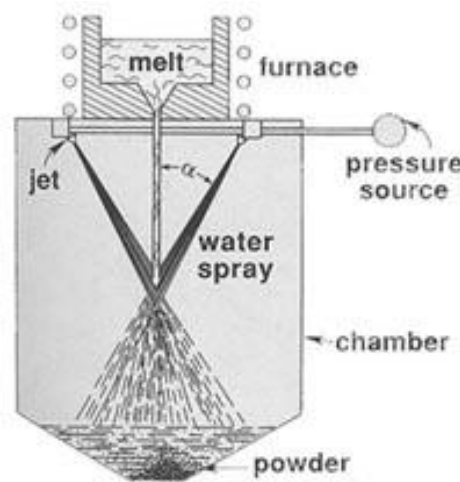


Figura 3. Atomización en agua con sistema de chorros opuestos [7]

1.2.1.3 Métodos mecánicos

De entre los procesos mecánicos para la obtención de polvos metálicos los más destacados son la molienda y la aleación mecánica [7].

En el caso de la molienda, se utilizan bolas, barras o martillos para ejercer impacto sobre las piezas, es un método clásico para la fabricación de polvos a partir de materiales frágiles. El mecanismo más simple consiste en una vasija de forma cilíndrica llena de bolas y del material que se quiere moler. Mientras el contenedor rota las bolas colisionan continuamente con el material de tal forma que lo reduce a partículas cada vez más pequeñas. El tamaño de partícula puede llegar a reducirse hasta el orden de 10 μm .

Para la aleación mecánica o abrasión se emplea un método similar al anterior ya que también se emplean molinos para favorecer el choque entre partículas. Se introducen una serie de bolas mixtas con polvos elementales en una vasija cilíndrica y se realiza la molienda. La principal diferencia con el método anterior es que en una escala microscópica el impacto se repite y cada vez se producen soldaduras en frío, fractura de las partículas y comienzan a mezclarse de forma que se crean materiales de aleaciones compuestas, este ciclo se repite de

forma que resulta una mezcla de los componentes. De esta forma las propiedades obtenidas por las aleaciones pueden ser superiores que las que se obtienen de un proceso pulvimetalúrgico convencional.

En la figura 4 podemos comparar distintas morfologías de polvos que pueden obtenerse mediante distintos métodos de fabricación.

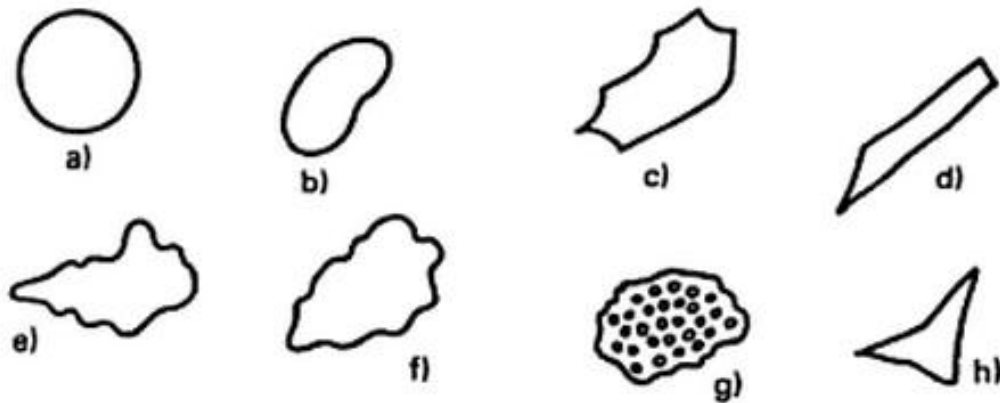


Figura 4. Distintas formas de los polvos metálicos: a) esférica (Hierro hexacarbonilo y cinc condensado); b) rodeada (atomizados en gas); c) angular (atomizados en agua); d) acicular (triturados); e) dendrítica (electrolíticos); f) irregular; g) microporosa (reducidos); h) fragmentada (triturados [7])

1.2.2 Mezcla y homogenización

Después de la obtención de polvos metálicos el siguiente paso consiste en la mezcla de los componentes, hasta obtener homogeneidad de la misma, debido a su diferencia de propiedades y características como densidad naturaleza, tamaño y forma [10].

De acuerdo con la norma MPIF Standard 09* "mezclado" de polvos hace referencia al entremezclado de polvos de dos o más materiales con diferentes pesos específicos y granulometrías.

En el mezclado de polvo para la producción de piezas pulvimetalúrgicas se suele cubrir las paredes del recipiente de mezcla con un lubricante para mejorar la fluidez del polvo y en especial reducir la fricción con las paredes de la matriz.

1.2.3 Compactación

La compactación es la etapa en la que los polvos metálicos son comprimidos a altas densidades mediante la aplicación de presión, de esta forma se obtiene la pieza en verde. Sin embargo este estado de compacto tiene la suficiente resistencia para que se realice correctamente su extracción de la matriz, ya que para alcanzar la resistencia final se requiere realizar el sinterizado. La compresión de las partículas supone una deformación que viene asociada a un descenso en la porosidad y el incremento del vínculo de unión entre los compuestos [11].

Cuando se compactan piezas con múltiples niveles se requieren presiones complejas y múltiples punzones. Estos son necesarios para proporcionar un correcto llenado, compactación y expulsión para las diferentes partes en niveles. El polvo metálico no rellena adecuadamente las esquinas de los moldes bajo presión, no es como los fluidos [12].

El prensado que se realiza en el interior de una matriz es el negativo de la geometría de la pieza deseada. En general la densidad en verde de las piezas así como sus propiedades mecánicas vienen determinadas por la presión de compactación, de forma que a mayor presión ejercida sobre la matriz la densidad alcanzada es mayor, aunque existen presiones límite en dependencia de la geometría de las partes y características del polvo [13].

Existen diferentes métodos de compactado en dependencia de cómo se transmite la presión a los polvos, entre ellas se encuentran:

- Compactación con simple efecto
- Compactación con doble efecto
- Compactación con matriz flotante

En el caso de la compactación de doble efecto, las diferentes posiciones y punzones de la compactación se pueden analizar en la figura 5: llenado de la matriz, compresión o compactado, y expulsión de la pieza en verde para luego apartarla y almacenarla [14].

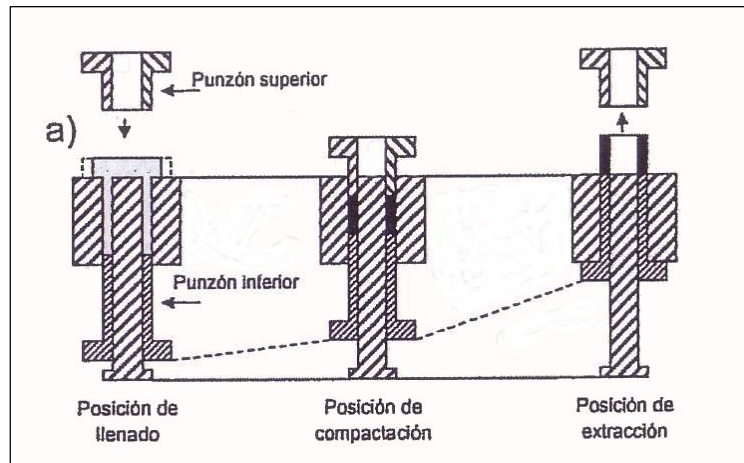


Figura 5. Etapas de compactación uniaxial: llenado, prensado y extracción de la pieza [15]

1.2.4 Sinterización

El término sinterización describe un tratamiento térmico durante el cual una masa o compacto de polvos es densificado y adopta la composición deseada [16].

La etapa de sinterización consiste en realizar un tratamiento isotérmico a una temperatura de sinterización (normalmente inferior a la de fusión del principal constituyente) con el objetivo de que se efectúen los procesos de difusión y soldadura entre partículas. Este tratamiento se efectúa durante un tiempo t_s o tiempo de operación. Durante el proceso se realiza un endurecimiento y mejora la resistencia a nivel atómico [12].

Además de las uniones, la sinterización contribuye a efectuar cambios en la microestructura, el tamaño de grano aumenta y puede crecer más que la forma de la partícula inicial. Durante la sinterización también se pueden apreciar cambios en la porosidad, como su forma, tamaño y cantidad.

En la figura 6 podemos analizar las distintas etapas que tienen lugar en un proceso de sinterización.

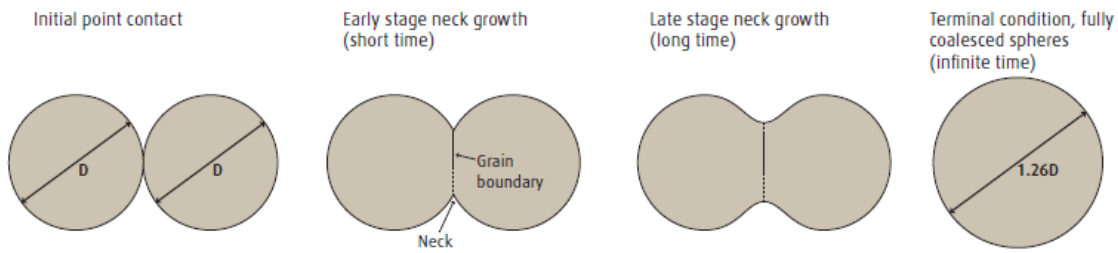


Figura 6. El crecimiento de un cuello entre dos partículas esféricas durante la sinterización [17]

El compacto está formado por una variedad de polvos diferentes bajo presión, por lo que el proceso de sinterización también produce homogeneidad, llevando a la formación de aleaciones por medio del mezclado de átomos en todo el compuesto [18].

Los primeros pasos del proceso de sinterización y aleación de un polvo metálico ocurre durante el calentamiento, considerando el alto rango de difusividad de la fase alfa del Hierro. Todas las etapas de la sinterización requieren una adecuada temperatura para la correcta formación del cuerpo metálico. Básicamente, un incremento de la temperatura produce un aumento del movimiento atómico que progresivamente lleva a la formación de cuellos entre partículas como resultado de la presión de contacto, seguido de su crecimiento a mayores temperaturas en todo el material.

El principal proceso de desgasificación tiene lugar durante el calentamiento. En el caso de compuestos de Fe-C o Fe-C-Mo preparados con polvos atomizados en agua, la pérdida de masa ocurre normalmente en el rango de 700°C y 950-1100°C, a la vez que se forma CO y algo de CO₂, indicando una reducción carbo-térmica de los óxidos presentes en los polvos base.

Los polvos de Hierro esponja, que inicialmente contienen más oxígeno, experimentan mayores pérdidas de masa en el rango de temperaturas >900°C.

Las temperaturas de sinterización más comunes se encuentran en un rango de 1120-1300°C. Estas dependen de los sistemas del material base así como los

métodos de preparación y de las características técnicas de los hornos de sinterización.

El tiempo de sinterización tiene una estrecha relación con la temperatura de sinterización y suele variar entre 30 y 60 minutos. Hay una tendencia a disminuir el tiempo de sinterización y aumentar la temperatura, al ser más eficiente la activación térmica necesaria para la sinterización. En este caso el tiempo de sinterización puede ser reducido un 60% cuando se aplica una temperatura de 1280°C en vez de la convencional 1120°C. Sin embargo no siempre es algo beneficioso, como en sistemas de aleación por difusión ya que puede presentar cierto cambio unido a peores propiedades [19].

En la figura 7 se pueden apreciar las diferentes zonas por las que pasa la muestra en el proceso de sinterización dentro de un horno continuo de cinta:

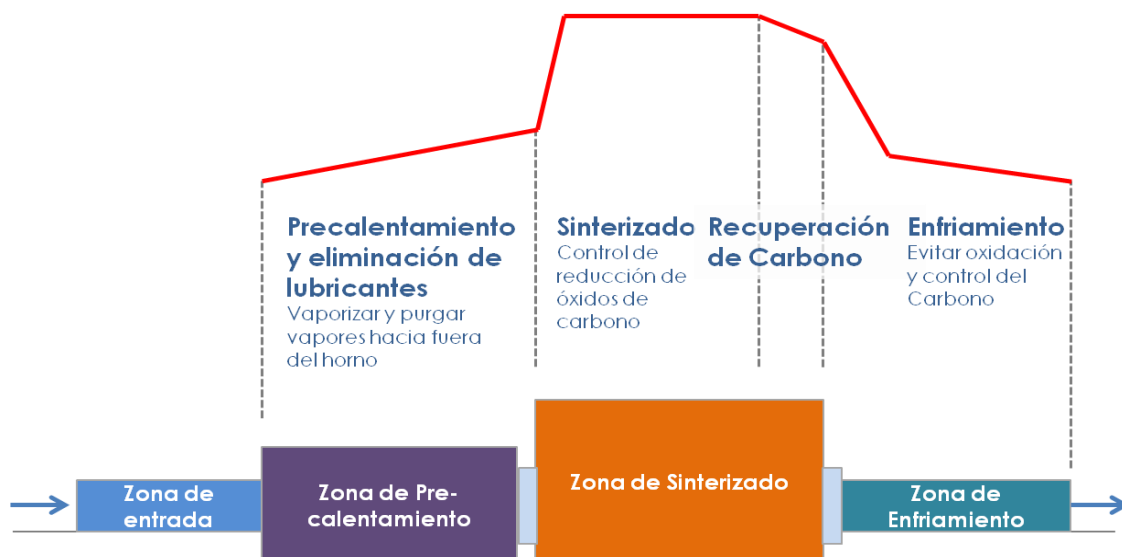


Figura 7. Zonas de sinterizado por las que atraviesa la muestra de acero aleado [20]

Casi todos los metales con una importancia técnica reaccionan con los gases de su alrededor incluso a temperatura ambiente, pero aún más si son tratados a altas temperaturas. La principal razón para emplear atmósferas especiales de sinterización es para proteger de la oxidación de los metales sinterizados por pulvimetalurgia.

Se mantiene una atmósfera controlada dentro del horno durante el proceso de sinterización por varias razones [21]:

1. Ayuda a eliminar y quemar los lubricantes utilizados en el proceso de compactación y otros componentes orgánicos de la mezcla de polvos.
2. Reduce los óxidos superficiales de los polvos y ayuda a que el proceso de difusión tenga lugar como parte esencial del proceso de sinterización.
3. Proporciona una transferencia de calor uniforme hacia y desde el compacto a través de los procesos de conducción y convección.
4. Previene la oxidación del compacto ya que viaja a través de las secciones de calentamiento y enfriamiento del horno.
5. Hace variar la composición de aleantes del compacto añadiendo o eliminando elementos como Carbono y nitrógeno.

En el presente proyecto se ha realizado el proceso de sinterización con dos tipos de atmósferas diferentes: Endogás y una mezcla artificial de N_2 y H_2 .

En general las atmósferas de endogás resultan más económicas que las atmósferas de N_2 - H_2 . Por otro lado los hornos en los que se trabaja este tipo de atmósferas necesitan un equipamiento más costoso, tanto su construcción como el mantenimiento posterior. Por este motivo resulta muy interesante estudiar el comportamiento de varios aceros en función de su ruta de fabricación y la atmósfera de sinterización.

1.2.4.1 Interacción del compacto base Fe con la atmósfera de sinterización

Los elementos de aleación utilizados en pulvimetalurgia para la sinterización de aceros estructurales pueden dividirse en dos grupos principales, de acuerdo con los requerimientos en el proceso de sinterización. El primero grupo se encuentra formado por elementos con baja afinidad por el oxígeno, como el Níquel, Cobre, Molibdeno, y Fósforo; los cuales no requieren especiales características en la limpieza de la atmósfera del horno de sinterización. En cambio el segundo grupo sí necesita una alta pureza en la atmósfera; este grupo se encuentra formado por

Manganeso, Cromo, Vanadio, Silicio, todos ellos presentan una alta afinidad por el oxígeno [19].

Los elementos de aleación presentes en nuestra composición pertenecen al primer grupo, suelen ser elementos muy comunes en pulvimetalurgia por este motivo. Estos elementos forman fácilmente óxidos reducibles y se pueden procesar en hornos de cinta a temperaturas de sinterización de hasta 1150°C. Su uso, por tanto, está determinado por las condiciones de procesado más que por razones metalúrgicas [22].

Respecto al mecanizado, a condiciones estándar de sinterización, los elementos sustitutivos como el Fósforo y el Molibdeno forman una mayor zona aleada alrededor de la parte central de la partícula de Hierro debido al lento ratio de difusión de dichos elementos en la estructura del Hierro comparado al Carbono. Los elementos intersticiales como el Carbono, en cambio, difunden rápidamente en la estructura del Hierro. Una consecuencia de ello es la formación de perlita también en la parte central de la partícula de Hierro, lo que aporta homogeneidad a la microestructura y hace más fácil su mecanizado.

1.2.4.2 *Atmósfera de sinterización Endotérmica*

Las atmósferas de sinterización endogás son formadas en un generador endotérmico pasando un hidrocarburo (generalmente gas natural o propano) sobre un catalizador calentado externamente en presencia de suficiente aire para que se produzca una combustión incompleta. En general el ratio aire/hidrocarburo es ajustado para dar la cantidad mínima posible de CO₂ y vapor de agua sin que se produzca hollín [23].

El gas endotérmico es producido a un bajo ratio aire/gas, y debe ser aplicado calor para apoyar la reacción. El gas es más rico en CO, H₂ y CH₄ que el exotérmico y no solamente fuertemente reductor, también es carburante. El gas endotérmico es el más utilizado para la sinterización de compactos de Hierro-Carbono y otras aleaciones de aceros. La composición del endogás está controlada, y también su equilibrio con el Carbono del acero que va a ser sinterizado. Los factores que influyen la composición del endogás producido son:

- Temperatura en la zona de craqueo
- Ratio de aire/gas
- Eficiencia del catalizador
- Tiempo en la unidad de craqueo

La atmósfera de endogás utiliza en general como combustibles, gases como el metano, el propano y el gas natural, siendo el ratio aire/gas el parámetro fundamental en la composición del gas de la atmósfera, como puede observarse en la figura 8:

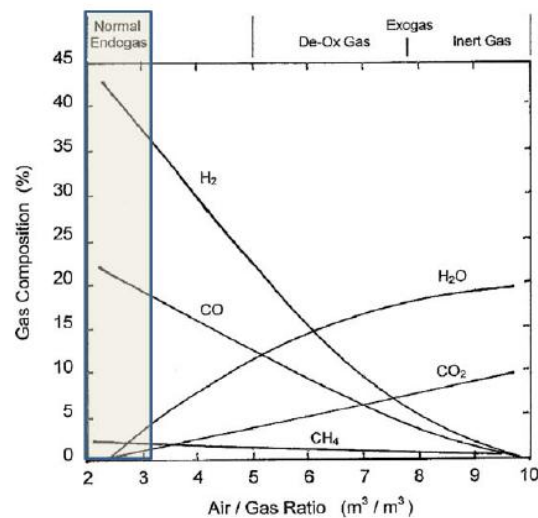


Figura 8. Influencia del ratio aire/gas en las atmósferas de endogás y exogás generados a partir de metano (CH₄) [24]

La medida de descarburación y recarburación determina el contenido final de Carbono en la zona cercana a la superficie del acero sinterizado. Este contenido de Carbono puede ser controlado por el punto de rocío (5-15°C) o el contenido de dióxido de Carbono contenido en el endo-gas.

1.2.4.3 Atmósfera de sinterización basada en Nitrógeno

El Nitrógeno es inerte a la mayoría de los metales y aleaciones más comunes. Como es un gas no-inflamable también se usa para purgar de forma segura las atmósferas inflamables.

El principal constituyente de los sistemas basados en Nitrógeno es el Nitrógeno molecular, que es obtenido del aire (su composición es del 78% Nitrógeno, 21% Oxígeno, 0.93% Argón, 0.03% Dióxido de Carbono y pequeñas cantidades de gases raros como el Neón y el Helio) Normalmente es producido mediante de la separación del aire (licuefacción y destilación fraccional).

Actualmente en la práctica los hornos no están perfectamente sellados, por lo tanto algo de aire entra. El Nitrógeno en sí mismo no controla la oxidación y descarburación de la superficie final, por tanto es necesario añadir al nitrógeno otros gases “activos” cuando la atmósfera es requerida para desempeñar funciones que requieren la transferencia de otros elementos como Carbono (de la atmósfera al elemento a tratar) u oxígeno (de los óxidos hacia la atmósfera)[1].

Es por este motivo que se utilizan atmósferas controladas de 90%N₂-10%H₂-0,1%CH₄, y no puramente N₂.

1.2.4.4 El Carbono como elemento reductor durante la sinterización

Las condiciones reductoras del proceso de sinterización resultan clave a la hora de eliminar la capa de óxido que cubre de forma natural las partículas de polvo por las que está compuesto el compacto en verde. La atmósfera tiene como principal objetivo evitar la oxidación de las piezas a tratar a la vez de permitir la reducción de los elementos presentes en las partes sinterizadas [25].

Según la atmósfera de sinterización elegida (entre el gran número de variantes que existen), se producirán ciertos efectos en el material en dependencia de su interacción con las condiciones de sinterización.

La adición de Carbono en forma de Grafito tiene un efecto reductor sobre los óxidos de las partículas que integran el compacto. En el caso de que el tratamiento se produzca bajo atmósferas inertes (Ar, He, N₂, vacío) el único agente reductor presente es el Carbono introducido (a elevadas temperaturas).

En la primera etapa de la sinterización, donde las temperaturas aún son bajas, el agente reductor en la atmósfera 90%N₂-10%H₂-0,1%CH₄, es el H₂ como gas activo (genera H₂O), donde se reduce la capa de óxido más superficial del polvo.

Los óxidos internos se eliminan a una temperatura superior (cercana a la temperatura de sinterización), donde el agente reductor es el Carbono.

En la figura 9 se puede entender este efecto, a través del diagrama de Ellingham-Richardson. La energía libre de formación del H₂O resulta inferior que la del CO o CO₂ a bajas temperaturas, de lo contrario a aumentar la temperatura como la pendiente de CO es negativa, el poder reductor del Carbono es superior que el del H₂.

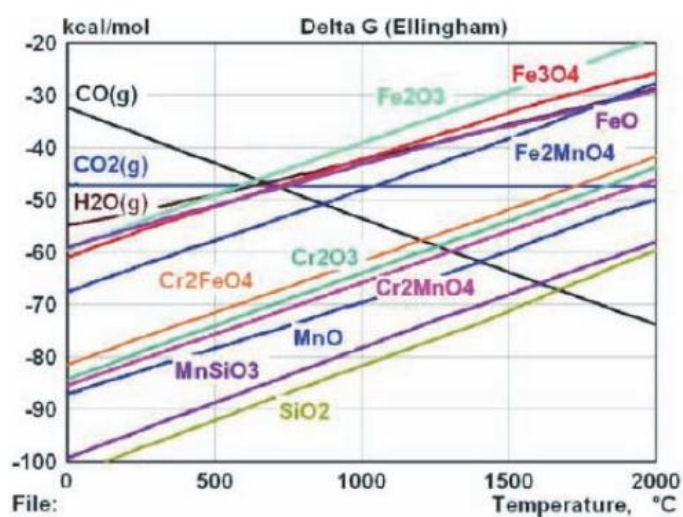
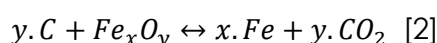
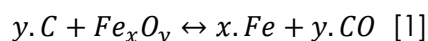


Figura 9. Diagrama de Ellingham de estabilidad de óxidos metálicos [19]

Termodinámicamente, la reducción del óxido de Hierro mediante Carbono (añadido generalmente en forma de Grafito) sucede mediante las reacciones denominadas carbotérmicas:



La ecuación [1] se denomina reacción carbotérmica directa, que implica la reducción por un contacto directo de los óxidos con el Carbono en forma de Grafito.

Sin embargo, la reducción carbotérmica indirecta se produce por reacción de los óxidos con monóxido de Carbono presente en la atmósfera, por tanto resulta una reacción más probable y eficiente ya que al producirse en fase gaseosa no depende de la localización que tenga el óxido.

En la figura 10 se expone el gráfico denominado “Equilibrio de Boudouard” que representa las reacciones que se producen con el Carbono en determinados tratamientos térmicos.

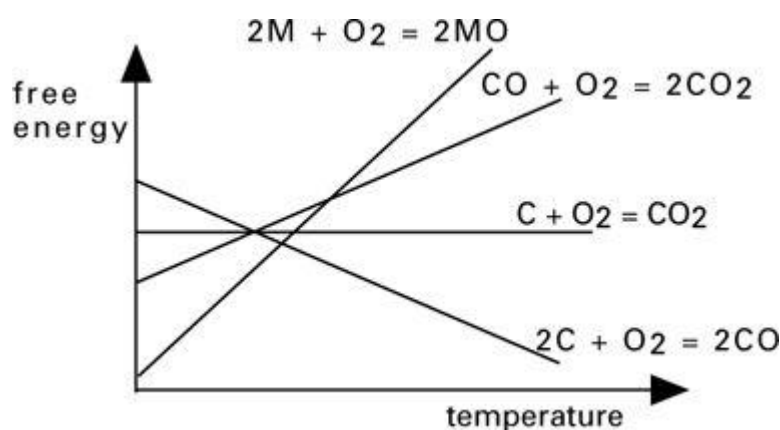
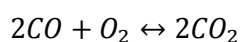


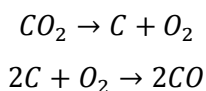
Figura 10. Líneas del Equilibrio de Boudouard en Diagrama de Ellingham [26]

Cada recta se encuentra representada por una reacción química, que según la temperatura a la que se opere tendrá un sentido u otro de reacción.

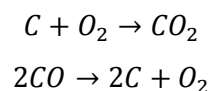
La reacción de oxidación del CO se describe como:



Alta Temperatura



Baja Temperatura



A altas temperaturas ($< 700^{\circ}\text{C}$) las reacciones se invierten y se produce el proceso contrario. Las reacciones de reducción carbotérmicas producidas durante el proceso de sinterización suelen provocar una pérdida de Carbono, por lo que es necesario controlar la composición y el tipo de atmósfera para obtener finalmente la concentración final adecuada de este elemento, por tanto es recomendable evitar la descarburación ya que puede llevar a una disminución de las propiedades mecánicas de las piezas.

1.3 Aceros PM de Baja Aleación

La tecnología de los materiales sinterizados, tanto en su área de la metalurgia de polvos (o Pulvimetalurgia) como en la tecnología de los materiales cerámicos sinterizados ha tenido un gran desarrollo en los últimos años. Entre las grandes ventajas de este proceso tecnológico se encuentra la de poder obtener productos y componentes acabados con una homogeneidad y precisión dimensional superior a la conseguida por otras técnicas y a un coste menor, debido principalmente a la necesidad de mínimas operaciones de mecanizado y al ahorro de energía y material. Otra ventaja es la de poder obtener productos que no pueden ser fabricados por otros procesos.

Uno de los principales usuarios de las piezas sinterizadas es la industria automovilística con una media aproximada de 6 a 7 kg de piezas obtenidas por metalurgia de polvos por coche [27].

La mezcla de Hierro elemental y polvo de Grafito es muy utilizada para la fabricación de piezas pulvimetalúrgicas. En la últimas dos décadas se ha reconocido el rol positivo del Fósforo como elemento de aleación en la pulvimetalurgia. El Fósforo ha sido usualmente considerado como un elemento contaminante en el procesado de aceros convencionales, debido a su tendencia a segregarse en los bordes de grano causando fragilidad y baja difusión del Hierro. Sin embargo se ha demostrado que el Fósforo actúa como un fuerte potenciador del proceso de sinterización posibilitando la reducción de la temperatura o el tiempo de sinterización. Entre los elementos de aleación del Hierro, el Fósforo produce la solución sólida con mayor efecto de endurecimiento en la ferrita [28].

Por todo esto las aleaciones que contienen Fe-C-P resultan de un gran interés en aplicaciones estructurales ya que combinan una morfología de porosidad favorable y buenas propiedades mecánicas.

Debido al fenómeno de segregación de Fósforo en los bordes de grano, lo que fragiliza la pieza, estas aleaciones son útiles para aplicaciones en la que solamente se realice un proceso de sinterización, los tratamientos de endurecimientos a altas temperaturas no son recomendables debido a la fragilización de las piezas.

Los aceros de baja aleación de Molibdeno fueron estudiados en profundidad en los años 80. Sin embargo, su contenido en Mo fue limitado a 0,5%. Algunas investigaciones muestran aceros con un contenido superior al 0,5%, pero las condiciones de sinterización eran significativamente diferentes a la que se utilizan en la actual industria P/M (temperaturas de sinterización superiores a 1200°C o el uso de ciclos de dobles-compactados y dobles-sinterizados).

Desde la presencia en el mercado de nuevos tipos en prealeados de Fe - 1.5% Mo a principio de los años 90, se han llevado a cabo muchos trabajos usando este tipo de polvo como base. Además, se han desarrollado nuevas familias de polvos prealeados que utilizan Fe - 1.5% Mo como material elemental. Estas nuevas familias de aceros han sido creadas mezclando con diferentes contenidos de Ni y Cu para su uso en aplicaciones en las que se requiere una alta precisión dimensional. Actualmente, los aceros con base de Molibdeno son aleados con Cromo para lograr incrementar las propiedades mecánicas y su comportamiento al desgaste [29].

1.3.1 Elementos y métodos de aleación

Existen cuatro métodos para la preparación de las aleaciones de los aceros sinterizados, cada uno de ellos tiene características específicas con efectos particulares en las propiedades de las piezas sinterizadas.

Estos son:

- ✓ **Mezcla de polvos metálicos:** mezcla de polvo de Hierro y elementos de aleación
- ✓ **Polvos aleados por difusión** (unidos por difusión parcial): mezcla de polvos después de un recocido adicional para obtener uniones parciales entre las partículas de polvo de Hierro y las partículas de elementos de aleación, pero sin formación significativa de una solución sólida
- ✓ **Polvos Prealeados**
- ✓ **Polvos Híbridos:** mezcla de polvos prealeados y algún elementos de aleación adicional

Los elementos de aleación metálicos presentes en la composición de los aceros del presente estudio son el fósforo y el molibdeno.

1.3.1.1 Fósforo

Este elemento es considerado perjudicial en la forja de aceros pero resulta muy común como aleante en los aceros pulvimetalúrgicos. Generalmente se adiciona al polvo de Hierro como ferroFósforo (Fe_3P con un 16% de P y Fe_2P con 22% P respectivamente). Los aceros Fe - (0.3-0.45-0.6) %P – C basados en polvo de Hierro esponja o atomizado, se utilizan para la producción de piezas estructurales.

El mecanismo de aleación de Hierro con Fósforo durante la sinterización se caracteriza por la formación de un eutéctico Fósforoso que funde seguido de su disolución en la matriz y difusión del Fósforo en el Hierro en forma de solución sólida. La fase líquida transitoria acelera el proceso de sinterización.

El Fósforo, como un fuerte estabilizador de la ferrita, también facilita el proceso de sinterización a través del incremento del ratio de autodifusión del Hierro, al permitir que la sinterización se produzca fundamentalmente en fase ferrítica, en lugar de en fase austenítica.

Debido a la baja difusividad del Fósforo en Hierro una gran concentración de Fósforo se queda en el área superficial de las partículas de Hierro y mayormente en los finos cuellos formados durante el proceso de sinterización. Con este fenómeno se ablandan los núcleos de las partículas de Hierro base y los cuellos son endurecidos con resultados mejorados en resistencia y ductilidad en comparación con otros aceros sinterizados.

La combinación Fe-P se usa generalmente para componentes magnéticos blandos, su alta densidad y porosidad redondeada, añadido al efecto del Fósforo en alta saturación magnética y baja fuerza coercitiva lo hacen idóneo para esta aplicación [19].

El Fósforo es un elemento muy común en la pulvimetalurgia, puede ser utilizado para mejorar el comportamiento de los aceros producidos en PM pero no puede ser usado a la hora de producir lingotes debido a su alta segregación durante el proceso de solidificación, lo que provoca la formación de una fase rica en Fósforo muy frágil.

Normalmente se añade en forma de Fe_3P a la mezcla de polvos. Durante el calentamiento en el proceso de sinterización el Fe_3P funde, esta fase líquida penetra mediante capilaridad en el área entre las partículas de Hierro originales. A diferencia de otros compuestos, en el caso del Fósforo, el proceso de sinterización ocurre en la fase ferrítica donde se encuentra en mayor contenido en Fósforo, lo que mejora el proceso de sinterización.

En la microestructura que se obtiene de estos aceros se puede observar que los poros tienen una forma mucho más redondeada que en otros sistemas de mezclas donde las composiciones de aleantes estabilizan la austenita como por ejemplo Cobre y Níquel. Los poros redondeados contribuyen a mejorar la resistencia de los aceros sinterizados.

El Fósforo crea una fase líquida, durante condiciones normales de sinterización. En pequeñas concentraciones el Fósforo crea reducciones dimensionales debido al sinterizado en la fase ferrítica.

El índice de difusión para el Fósforo no es tan alto como el Carbono, pero es bastante rápido para tiempos y temperaturas normales de sinterización para asegurar una buena distribución del Fósforo en el material.

En la figura 11 se muestra el diagrama Fe-P con las fases por las que atraviesan los aceros con este elemento de aleación, y su punto eutéctico a 1050°C.

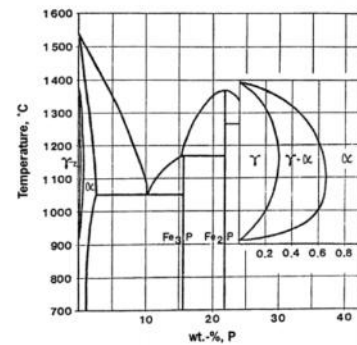


Figura 11. Diagrama de fases Fe-P ³⁰

1.3.1.2 Molibdeno

Es un elemento alfégeno, que proporciona mayor templabilidad sin endurecer mucho por solución sólida lo que permite que los polvos prealeados mantengan compresibilidad. El Molibdeno es un fuerte formador de carburos con bastante baja estabilidad termodinámica para los óxidos. Por tanto, es la aleación metálica formadora de carburos más usada en los aceros sinterizados. Incrementa la estabilidad del acero en el revenido y con ello disminuye su fragilidad.

Puede ser adicionado al polvo de Hierro en su forma elemental o como ferro-Molibdeno, comúnmente en cantidades de 0,5%. Otra ruta es el prealeado de Molibdeno en ferrita, lo cual incluso en concentraciones muy bajas aporta gran resistencia al material. Este elemento de aleación tiende a disminuir el contenido de Carbono en la perlita, algunos carburos Hierro-Molibdeno de tipo cementita – (Fe, Mo)₃C se forman cuando la austenita que contiene Mo es enfriada. En condiciones adecuadas de sinterización, puede prevalecer la formación de carburos (Mo₆C o Mo₂C) a la disolución de las partículas de Mo. El Mo₂C se obtiene a altos contenidos de Carbono y proporciona una elevada resistencia al contraste.

El coeficiente de difusión del Molibdeno es muy bajo en solución sólida y, pero superior a la del Cromo. La homogenización del Mo es acelerada por una sinterización con fase transitoria líquida, sin embargo requiere temperaturas superiores a 1200°C, aunque la temperatura umbral crítica depende de su contenido en Carbono.

En los sistemas de Fe-Mo la austenita disminuye al aumentar el contenido en Molibdeno (figura 12), en caso de una composición pura de Fe-Mo su microestructura no revela características específicas ya que aparece solamente una fase en estos sistemas.

En vez de añadir a la mezcla los elementos de aleación por separado puede ser factible homogeneizar el elemento en el fundido antes del proceso de atomización. El resultado es un polvo de base con inferior compresibilidad pero mayor endurecimiento, lo que puede resultar de mucha utilidad. Las estructuras resultantes son homogéneas y suelen contener bainita y martensita, en dependencia de su contenido en Carbono, otros elementos de aleación y condiciones de sinterización.

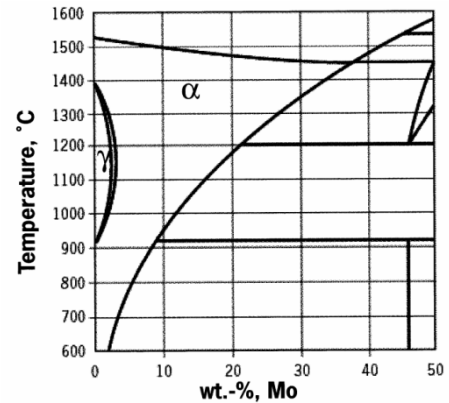


Figura 12. Representación esquemática del diagrama de fase Fe-Mo [30]

2. Motivación y Objetivos

2. Motivación y Objetivos

Dentro de la industria del automóvil los aceros de baja aleación juegan un papel fundamental, ya que al representar un mercado muy extenso y con alta demanda se requiere una relación calidad/precio adecuada para poder competir con las altas exigencias del mercado.

Las investigaciones que se vienen realizando hasta el momento se basan en mejorar la calidad de estos materiales principalmente en función de su composición y rutas de procesado. En el caso de la composición, se buscan sistemas de aleación óptimos que disminuyendo la cantidad de aleantes se mantenga o incluso aumente la calidad de los materiales y sus propiedades. Al utilizar un menor número de elementos de aleación, el precio de los aceros disminuye considerablemente así como el impacto que ejerce sobre el medio ambiente.

Por otro lado, resulta fundamental estudiar el procedimiento y etapas de procesado de las piezas para permitir una mejora de sus características: como el incremento de la densificación de los polvos, disminución de la porosidad a través de cambios como la temperatura de sinterización, presencia de fases líquidas, prensado y/o tipos de compactación.

En esta investigación se busca conocer las propiedades y características de los aceros sinterizados con una composición Fe-P-Mo-C que permitan obtener una microestructura mixta que incorpora los microconstituyentes de ferrita, perlita y bainita con el fin de mejorar el balance entre resistencia y ductilidad. Estos aceros se podrían procesar a 1120°C y se analizaría además la posibilidad de mejorar su competitividad empleando atmósferas endotérmicas (endogás).

La intención de obtener un acero sinterizado de bajo coste y propiedades mecánicas competitivas mediante la utilización de materias primas de gran disponibilidad en el mercado (PASC60 y Astaloy Mo) y procesado en condiciones típicas de la industria pulvimetalúrgica para la producción de componentes sinterizados para la industria del automóvil (compactación uniaxial y sinterización en horno de cinta a 1120°C en atmósfera de Endogás o N₂-H₂).

Para alcanzar el objetivo se plantean los siguientes estudios:

1. Estudiar los efectos de las dos atmósferas de sinterización empleadas: Endogás y 90%N₂-10%H₂-0,1%CH₄ en las propiedades tanto físicas como mecánicas medidas mediante diferentes ensayos.
2. Estudio metalográfico y de la porosidad de los aceros para relacionar su estructuras con las propiedades mecánicas ensayadas.
3. Analizar los parámetros relacionados con las propiedades mecánicas y físicas y comparar con los aceros comerciales de similar composición.

3. Materiales y Procedimiento Experimental

3. Materiales y Procedimiento Experimental

Se desea diseñar aceros sinterizados de microestructura dual obtenidos mediante una ruta de procesamiento industrial bajo dos tipos de atmósferas de sinterización: Endogás y N_2-H_2 , con una composición específica de 0,15P – 1,125Mo, con cantidades de Carbono 0,3 y 0,8% C.

En la figura 13 se muestra la conexión entre los parámetros de los procesos, su 'historia', las microestructuras y el rendimiento.

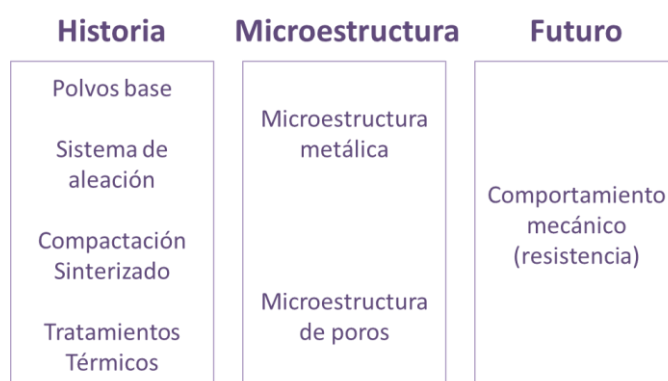


Figura 13. Conexión entre la 'historia' de la microestructura y el rendimiento de los aceros sinterizados

3.1 Materiales

En el presente proyecto se han investigado los aceros con la siguiente composición:

Mezcla de:

Equivalente a una composición de:

- 25% PASC60/75% Astaloy Mo - 0,3% Grafito = Fe – 1,125Mo – 0,15P – 0,3C
- 25% PASC60/75% Astaloy Mo - 0,8% Grafito = Fe – 1,125Mo – 0,15P – 0,8C

Para alcanzar esta composición se han utilizado dos tipos de polvos aleados con Fósforo y Molibdeno, además de polvo de Grafito (calidad UF4). Las características de los polvos de partida se recogen en la tabla 1.

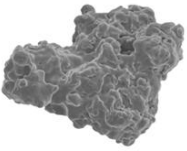
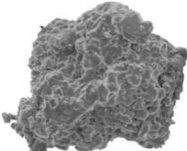
Tipo de polvo		Características
	Astaloy Mo	Polvo de acero atomizado en agua y prealeado con 1,5 % de Molibdeno
	PASC60	Contiene 0,60 % de Fósforo en forma de ferrofósforo. Basado en ASC100.29, el cual le proporciona al polvo una alta compresibilidad

Tabla 1. Características de los polvos de base Hierro utilizados en la composición de los aceros sinterizados

3.2 Obtención de las probetas

Como se explicó en el capítulo de introducción, la ruta de procesado de los aceros sinterizados consta de 4 etapas fundamentales. En la figura 14 se pueden apreciar estos pasos que se desarrollaran a continuación durante este capítulo.



Figura 14. Ruta de procesado de los aceros sinterizados estudiados

3.2.1 Mezcla

Para alcanzar las composiciones anteriormente mencionadas, se han efectuado mezclas de los diferentes polvos:

1 → 25% PASC60 + 75% Astaloy Mo + 0,3% Grafito

2 → 25% PASC60 + 75% Astaloy Mo + 0,8% Grafito

Durante esta investigación se ha utilizado un mezclador de tipo Wab Túbula durante 25 minutos. El alto rendimiento del mezclador-agitador TURBULA proviene del uso de movimientos de rotación, traslación e inversión de acuerdo con la teoría geométrica Schatz, que someten al contenedor de mezcla a una trayectoria tridimensional que a su vez expone al producto a movimientos elípticos sincopados [31].

Este mezclador-agitador cumple con los objetivos básicos y las exigencias más altas de la tecnología de mezcla [31]:

- Homogeneidad
- Tiempo de mezcla corto
- Ausencia de contaminaciones cruzadas y de emisiones
- Ausencia de separación en el producto final
- Sencillez de operación
- Fácil limpieza y mantenimiento

Según al lote que pertenezca cada muestra, es decir teniendo en cuenta su composición y atmósfera de sinterización se va a establecer la siguiente nomenclatura para referirse a ella (tabla 2):

Nomenclatura	Composición		Atmósfera
0,3 - NH 0,8 - NH	Fe - 0,15P - 1,125Mo	0,3C	N ₂ - 10H ₂
		0,8C	
0,3 - Endo 0,8 - Endo	Fe - 0,15P - 1,125Mo	0,3C	Endotérmica
		0,8C	

Tabla 2. Nomenclatura utilizada para los aceros sinterizados según su composición en elementos de aleación, grafito añadido y atmósfera de sinterización.

3.2.2 Compactación

El proceso de compactación se realizó en la Universidad Técnica de Viena (TU Wien) utilizando una prensa de doble efecto de tipo industrial. Se han compactado probetas de tipo tracción con geometría regulada por la norma ASTM estándar E8/E8M-11 [32].

Para obtener las piezas compactadas en este caso se ha ejercido una presión de 700 MPa, la cual es muy típica para este tipo de aleación que tienen como elemento base el Hierro.

3.2.3 Sinterización

Como ha sido mencionado anteriormente, en el presente proyecto se cuenta con dos tipos de composiciones de aceros, el primer lote tiene una composición de 0,15 %P - 1,125 %Mo - 0,3 %C y el segundo de 0,15 %P - 1,125 %Mo - 0,8 %C.

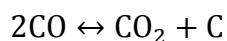
Cada lote cuenta con 16 piezas, de las cuales 8 de ellas se han sinterizado bajo una atmósfera controlada de Endogás y las otras 8 bajo una atmósfera de composición: 90% N₂ - 10% H₂- 0,1% CH₄, que se encargan de evitar la oxidación de las probetas y a su vez minimizan las pérdidas de Carbono que puedan ocurrir.

a) Atmósfera N₂-H₂

La sinterización en N₂-H₂ se realizó en las instalaciones de Höganäs AB, en un horno de cinta a 1120 °C durante 30 min, con una atmósfera de N₂-10H₂-0.1CH₄ (% volumen, relación 90-10%). Una vez transcurrido este tiempo, las probetas se enfriaron a una velocidad en torno a los 0.8 °C/s.

b) Atmósfera Endogás

La sinterización en Endogás se llevó a cabo en las instalaciones de PMG (Asturias), se utilizó un horno de cinta de acero, abierto con una temperatura nominal de 1125°C durante 30 min. La atmósfera se genera a partir de gas natural, en una relación m³ aire/ m³ gas de 2,38, según las reacciones (relación O₂-N₂ en aire, 21%-79%):



El potencial carburante de la atmósfera corresponde a 0.7%C. Este sinterizado va acompañado de un "sinter-hardening" o enfriamiento forzado (velocidad de enfriamiento de 1-1.5°C/s).

En total han sido sinterizadas 32 probetas divididas en 4 sublotos de 8 muestras cada una. En la figura 15 se describe el ciclo de sinterización de los aceros estudiados en el presente proyecto.

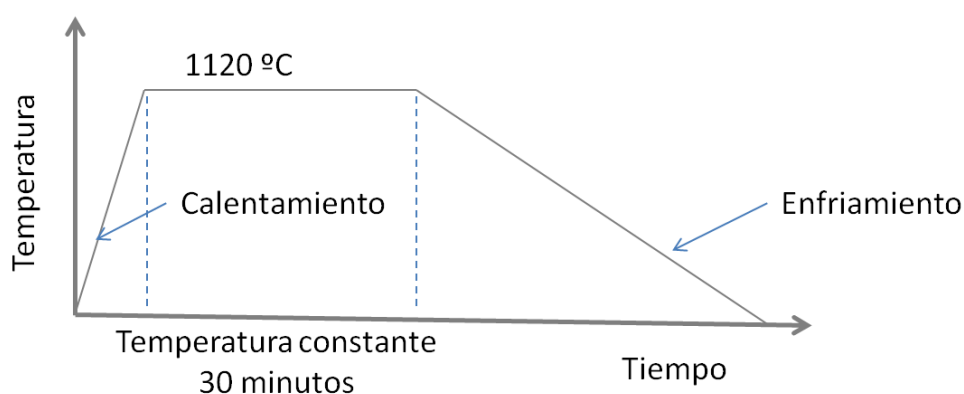


Figura 15. Esquema del ciclo de sinterización

3.3 Determinación de propiedades

3.3.1 Contenido en Carbono combinado

El porcentaje en Carbono de un material sinterizado debe ser determinado de forma real después del proceso de sinterizado, para de esta forma conocer su composición exacta y poder explicar sus propiedades y comportamiento.

Para conocer la composición en Carbono combinado de la muestra se realiza el ensayo utilizando un analizador de Carbono-azufre modelo CS-200 y marca LECO.

Para realizar el ensayo en primer lugar se cortan muestras de diferentes probetas, tres para cada una de las composiciones a estudiar, tomándose la media

como resultado final. Los especímenes están entre 0,5 - 1g de peso, previamente al ensayo se pesan cada una de ellas.

Las muestras se introducen en pequeños crisoles dentro del analizador con un fundente (de denominación Lecodel II), que tiene como misión mejorar el proceso de fundición disolviendo y oxidando los recubrimientos exteriores.

El horno está ideado para que se produzca combustión de las muestras, donde un microprocesador analiza los gases resultantes de la combustión (CO_2) mediante detectores de infrarrojos que atribuyen gran precisión a las mediciones.

El equipo puede cuantificar el Carbono y azufre en los aceros, aunque existen varias impurezas en el gas como son el crisol y el fundente, por lo tanto es muy difícil eliminar la variabilidad, por lo que esto afecta a su capacidad de determinación. Es por esta razón que se han tomado varias muestras de cada composición, para disminuir el error global de la medida.

3.3.2 Densidad

La densidad es una propiedad muy importante en un material, especialmente aquellos fabricados por pulvimetalurgia debido a la presencia de porosidad.

El método para determinar la densidad para este tipo de aceros es sencillo y muy preciso, está basado en el principio de Arquímedes (método de flotabilidad); 'Un cuerpo inmerso en un líquido (o gas) está sometido a una fuerza de empuje de igual valor que el peso del líquido (o gas) desplazado por su volumen. Esa fuerza de empuje es la flotabilidad. Para realizar este ensayo se ha seguido la norma MPIF 42 y la norma ISO 2738:1999 (E) [33].

Debido a que el ensayo es realizado sumergiendo el material en agua, para que penetre la mínima cantidad de líquido a través de la porosidad se ha empleado una laca para sellar la superficie de las probetas. Se ha rociado la laca por cada una de las caras esperando un periodo de 24 en cada una para que su secado sea óptimo.

Para realizar el cálculo de la densidad se han pesado dos muestras por cada tipo de composición en primer lugar en seco y sin sellar, en seco con laca y sumergido en agua después de sellar.

El ensayo mediante el cual la densidad de sinterizado de las probetas es determinada se realiza siguiendo el Principio de Arquímedes y las expresiones mediante las cuales obtenemos densidades de sinterización y relativa son las siguientes:

$$\rho_s = \frac{m_1}{\left(\frac{m_2 - m_3}{\rho_{agua}}\right) - \left(\frac{m_2 - m_1}{\rho_{laca}}\right)} \quad ; \quad \rho_{Relativa} = \frac{\rho_s}{\rho_{Teórica}}$$

Siendo:

- m_1 = Peso del material sinterizado en aire.
- m_2 = Peso del material sellado en aire.
- m_3 = Peso del material sellado sumergido en agua.
- ρ_{agua} = Densidad del agua ($\rho = 0,998 \text{ g/cm}^3$)
- ρ_{laca} = Densidad de la laca ($\rho = 1,2 \text{ g/cm}^3$)

$$\rho_{Teórica} = \frac{100}{\sum w_i / \rho_i}$$

Dónde:

- w_i = Masa del compuesto i utilizado en la mezcla.
- ρ_i = Densidad del compuesto i

En la ecuación las densidades de los compuestos que forman la mezcla se ha obtenido con picnómetro de Helio que mide la densidad del polvo.

3.3.3 Evaluación de propiedades mecánicas

3.3.3.1 Dureza

Para muchas aplicaciones la propiedad a medir que realmente se necesita es el ensayo a tracción para determinar la resistencia del material. Idealmente solamente se realizarían ensayos de tracción, pero estos son mucho más caros que llevar a cabo los ensayos de dureza. Los ensayos a tracción también son destructivos, mientras que las hendiduras que se realizan para medir la dureza no lo son (en el caso de objetos de gran tamaño) [34].

La dureza es característica de un material, no una propiedad fundamental física. Se define como la resistencia a la penetración, y es determinada por la medida de la profundidad permanente de la huella. Más simplificado, cuando se utiliza una fuerza (o carga) fija y un perforador dado, cuanto más pequeña la huella, más duro resulta el material.

Unos de los métodos para calcular la dureza es el test Vickers, también referido como método de la microdureza, es el más utilizado para medir en pequeñas piezas y secciones delgadas.

El método Vickers está basado en un sistema de medición óptica. El procedimiento de este ensayo de microdureza, ASTM E-384, especifica un rango de cargas ligeras usando un penetrador de diamante para crear una huella la cual es medida y convertida en un valor de dureza.

Es muy útil para medir en una variedad amplia de materiales siempre que las muestras estén preparadas cuidadosamente.

Los valores de dureza obtenidos en aceros sinterizados tienen una dispersión bastante superior a los aceros convencionales, ya que la presencia de poros en la huella del indentador afecta a esta medida, por lo tanto se va a hacer referencia a la dureza aparente, que es la cual incluye porosidades.

El ensayo se ha realizado con un durómetro de escala Vickers de modelo LAC-01 y marca Wilson Wolpert siguiendo la norma: norma MPIF 43.

Para medir en la escala Vickers se utiliza un diamante con forma de base de pirámide cuadrada, como se puede apreciar en la figura 16. Típicamente las cargas son muy ligeras, con un rango de entre unos pocos gramos hasta decenas de kilogramo, aunque las cargas referentes a los ensayos “Macro”Vickers pueden llegar hasta 30 Kg. Los métodos de Microdureza son utilizados para medir en metales, cerámicos, materiales compuestos y en casi cualquier tipo de material.

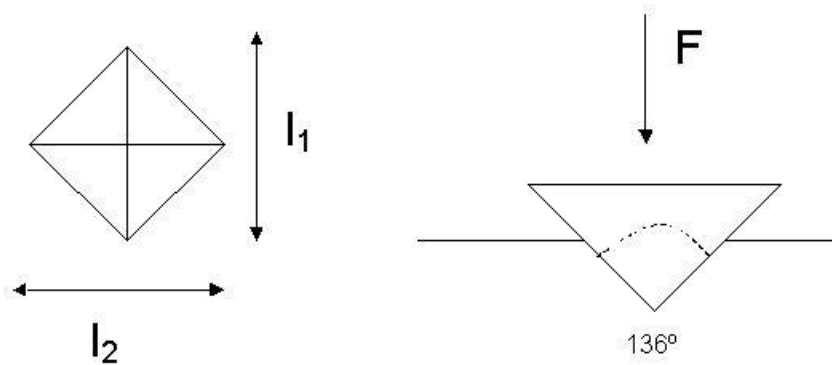


Figura 16. Esquema de un penetrador Vickers [35]

En el objetivo del microscopio es visualizar la zona de aplicación de la carga. Se selecciona la zona y se cambia por el penetrador, de forma que el eje del indentador coincida con el del objetivo del microscopio. Al terminar de aplicar la carga se vuelve a sustituir el penetrador por el microscopio para realizar la medición de la huella (midiendo sus diagonales).

Durante este ensayo se realiza la medida Vickers 30, es decir, aplicando una carga de 30 kgf, en todas las probetas se realiza la huella ocho veces en cada una en las cabezas de las mismas para que los agujeros no actúen como concentradores de tensiones durante el ensayo de tracción. Las medidas se han realizado en ambas caras de las probetas también.

De forma práctica el durómetro proporciona directamente el valor de dureza Vickers 30, por lo que no es necesario realizar el cálculo manualmente, donde se utilizaría la siguiente expresión:

$$HV\ 30 = \frac{1,8544 \cdot F}{P^2}$$

Donde "F" es la carga aplicada expresada en kilogramos-fuerza y "P" la media aritmética de las longitudes de las diagonales de cada huella, expresada en milímetros (mm).

3.3.3.2 Ensayos de tracción

Para realizar el ensayo de tracción de un acero sinterizado es necesario someter a la probeta a un esfuerzo axial de tracción hasta su rotura. Mediante este ensayo se puede determinar la resistencia del material a la deformación, la carga máxima que puede soportar, entre otras propiedades.

El ensayo se ha llevado a cabo siguiendo las normas ASTM, más específicamente el estándar E 8M – 04, donde son especificadas las propiedades de las probetas (dimensión, geometría) y las características que deben tener los equipos utilizados para realizar dichos ensayos [36].

Se ha utilizado una máquina electrohidráulica de una célula de carga de 50 kN, con mordazas manuales y sistema de adquisición de datos simultáneo y una velocidad de desplazamiento de las mordazas de 1 mm/min. La longitud inicial del extensómetro era 9 mm para realizar las mediciones de la deformación de las probetas. Para cada tipo de material se han tomado 5 medidas.

Además la máquina se encuentra conectada a un computador que mediante el software de procesamiento de datos SCM3000 95 permite obtener las medidas y los diagramas de tensión-deformación.

a) Resistencia a tracción

En el caso de aceros sinterizados sus propiedades en tensión están directamente influenciadas por la porosidad. Debido a la presencia de porosidad, las propiedades en tensión son de alguna forma inferiores que aquellos materiales forjados de una misma composición y estructura.

Con los materiales sinterizados se debe tener mucho cuidado a la hora de almacenarlos antes de realizar el ensayo de tracción, ya que su porosidad interconectada puede aumentar la corrosión interna. La porosidad tiene un efecto más pronunciado en ductilidad que en la resistencia.

Para obtener la resistencia a tracción se utiliza la siguiente expresión:

$$R_m = \frac{F_m}{S}$$

- R_m : Resistencia a tracción (MPa)
- F_m : Carga máxima que soporta la probeta durante el ensayo(N)
- S : Área transversal de la probeta que soporta la carga (mm²)

b) Deformación

Constituye la medida en tanto por ciento de la longitud que se ha alargado la probeta en el momento de la rotura.

En caso del programa de procesamiento de datos nos proporciona los milímetros que se ha estirado la probeta para cada segundo y la fuerza aplicada en ese instante. Por lo que se ha utilizado la siguiente expresión para calcular su deformación.

$$\Delta L (\%) = \frac{L_f - L_0}{L_0} \cdot 100 = \frac{L}{L_0}$$

3.3.4 Estudio Microestructural

Las muestras metalográficas nos permiten analizar la microestructura de los aceros sinterizados en estudio, y de esta forma poder estudiar sus características y propiedades tanto físicas como mecánicas.

Además, la metalografía es considerada una técnica de estudio de la estructura interna, organización en fases y componentes mediante el uso de microscopios de alta precisión.

Para poder realizar el análisis con ayuda del microscopio óptico es necesario preparar las muestras de forma que su observación se realice de manera óptima, para ellos es necesario seguir diferentes procesos: corte, embutición, desbaste, pulido y ataque químico.

a) Corte

Para realizar el análisis de las muestras de aceros en estudio es necesario cortar las probetas de tracción en rectángulos de aproximadamente 5 mm. Para realizar el corte se utiliza una máquina cortadora de precisión automática Presi, modelo MECATOME T 201 A, con refrigeración del disco de corte mediante Taladrina para evitar su sobrecalentamiento y posibles cambios microestructurales de los aceros. Como parámetros de corte se han tomado una velocidad del disco de 1700 rpm y velocidad de avance de 15 mm/min.

b) Embutición

La embutición de las probetas tiene como objetivo fundamental facilitar su manipulación en especial en el proceso de desbaste y pulido, así como para poder realizar una mejor observación mediante el microscopio óptico.

Para realizar el proceso de embutición se utiliza tanto resina conductora (negra) como no conductora (transparente), se realiza en caliente en una máquina embutidora Bitech Europe.

c) Desbaste

El desbaste tiene como objetivo eliminar todas las irregularidades de las muestras y conseguir una superficie totalmente lisa para poder ser examinada por el microscopio. Se utiliza una devastadora de lijas de Disco Biometra de modelo Grinder-Polisher, a velocidad de 200 rpm y como líquido refrigerante: Agua. Los papeles de lija son colocados en una rueda giratoria y las piezas se colocan de forma perpendicular al giro de forma que el desbaste sea uniforme.

Los papeles de esmeril están compuestos de partículas de SiC de diferente granulometría (180, 320, 600 y 1000).

El desbaste se realiza de manera uniforme y comenzando por las lijas de mayor tamaño de grano (es decir las de mayor grueso), hasta llegar a los papeles de menor tamaño de grano. Al cambiar de papel se debe variar el ángulo de

colocación de la muestra de forma que se borren las rayas originadas por el desbaste, el giro se realiza de 90°, preferiblemente cada 10 segundos para conseguir una alta uniformidad.

d) Pulido

Durante el pulido, después de desbastar las muestras, que no queden imperfecciones en la superficie y que sea totalmente plana, se utilizan paños de alúmina (de 0,1 μm y 0,3 μm) sobre un disco rotatorio para lograr un pulido especular, además se emplea un abrasivo fino disuelto en agua de alúmina (Al_2O_3).

Ejerciendo presión sobre la muestra, manteniendo el contacto con el paño y utilizando la disolución como lubricante se debe obtener una superficie especular. La maquinaria utilizada es una pulidora de marca Struers y modelo DAP-7, similar a la de la siguiente imagen.

Después de realizar el pulido, se limpia la muestra con agua y alcohol, y se introduce en el contenedor de ultrasonidos para eliminar las impurezas y partículas de alúmina que puedan haber contaminado la superficie.

Se revisa con el microscopio que la microestructura se observe adecuadamente, y que no existan líneas o marcas originadas en el proceso de desbaste y pulido.

e) Ataque químico

El ataque químico es muy importante para revelar la microestructura del acero sinterizado. Este lo conforma una combinación de reactivos y tiempos de ataque para cada composición.

En el caso de las muestras en estudio de aceros sinterizados de composiciones 0,3 y 0,8% Carbono se han utilizado dos tipos de reactivos: Nital (1% en volumen de ácido nítrico en etanol) y Picral, este último se ha utilizado para los aceros con mayor composición en Carbono, debido a que revela mejor las microestructuras martensíticas.

El tiempo de ataque varía entre 4 y 6 segundos en dependencia de las muestras y del tipo de reactivo.

f) Análisis de la microestructura con el microscopio óptico

Con las muestras embutidas y preparadas se realiza el análisis de la microestructura por medio de un microscopio óptico Olympus modelo GX-71, el cual posee un rango de magnificación desde los 5x a los 200x. El estudio de las probetas se ha realizado empleando un microscopio invertido con objetivos de diferentes aumentos.

Se han hecho capturas de imágenes de las muestras de los cuatro tipos de aceros preparados a aumentos 10x, 20x, 50x y 100x y procesado por el software de análisis de imágenes *analySIS getIT* que añade la escala y enfoca la foto.

4. Resultados y Discusión

4. Resultados y Discusión

4.1 Contenido de Carbono combinado

Como se explicó en el capítulo anterior en el presente trabajo se estudia una composición fija de Fósforo y Molibdeno, pero se ha variado el porcentaje de Carbono para estudiar el comportamiento que presenta el material y las propiedades que dependen de este compuesto.

Durante la etapa de sinterización puede existir una variación del contenido de Carbono, en dependencia de la atmósfera a la que es sometida la probeta, aunque lo ideal es que se realice con una atmósfera controlada que minimice la pérdida de Carbono en dependencia de los resultados que se persiguen.

Debido a estos cambios que se pueden producir en la composición de Carbono es necesario determinar el porcentaje real contenido en las probetas una vez sinterizadas.

En la tabla 3 se muestran los valores de Carbono teórico y real medido, para realizar una comparativa que permita estudiar cómo afectan las condiciones de sinterización a estos aceros. Como se puede observar, existen variaciones en el porcentaje de Carbono combinado en dependencia de la de la atmósfera de sinterización

Contenido de Carbono (LECO)			
Muestras	Grafito añadido	Carbono Combinado	Desviación Estándar
0,3C - NH	0,3	0,267	0,003
0,3C - Endo	0,3	0,41	0,01
0,8C - NH	0,8	0,712	0,009
0,8C - Endo	0,8	0,81	0,02

Tabla 3. Contenidos teóricos y de Carbono combinado

En la figura 17 se ha representado el contenido de Carbono combinado versus el Grafito añadido en la composición inicial antes de realizar el proceso de sinterizado.

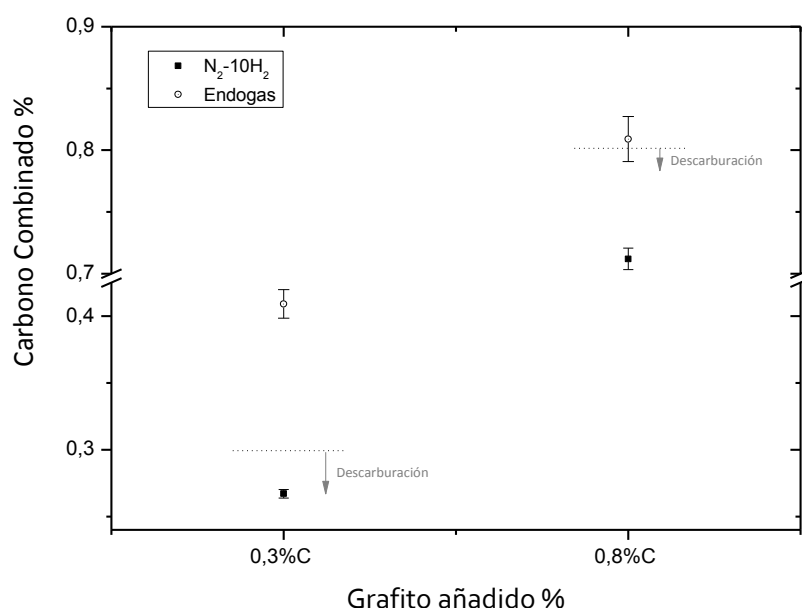


Figura 17. Promedio de los contenidos de Carbono combinado en tanto por cien respecto a las cantidades de Grafito añadido

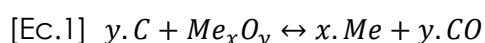
En el caso de los aceros en los que durante la última etapa del proceso de pulvimetalurgia se ha empleado una atmósfera de sinterización de 90%N₂-10%H₂-0,1%CH₄ su composición en Carbono ha disminuido, resultando en una descarburación del 0,11% para ambas composiciones de Carbono (0,3 y 0,8). Esta disminución se debe a una descarburación asociada al propio proceso de sinterización, que es producida por reducción por efecto del hidrógeno de la atmósfera.

Los aceros sinterizados en atmósfera de Endogás sufren una carburación que resulta superior para los aceros de composición 0,3C (aproximadamente 0,36%), mientras que las otras probetas con contenidos de 0,8C se mantiene similar, aumentando solamente 0,011%.

Los procesos de reducción ocurren a temperaturas inferiores a la de sinterización, en general si las muestras presentan como elemento de aleación el Carbono, va a reaccionar con los óxidos internos a elevada temperatura, por lo que se produce una pérdida (descarburación). Sin embargo, para las atmósferas de Endogás esta pérdida puede verse compensada con el Carbono presente en la

atmósfera. Para el caso de la atmósfera de nitrógeno, la cantidad de Carbono perdida no se recupera, aunque al tener una mínima parte de H₂, este elemento provoca que la reducción de los óxidos superficiales al inicio del proceso de sinterización, no consuma Carbono y por tanto evitar al máximo esta pérdida.

La reacción de reducción que tiene lugar es:



Esta reacción de reducción representada por la ecuación 1 se produce siempre que se cumpla la siguiente condición: $P_{CO} < P_{COeq}$. En el caso de la atmósfera de endogás, el contenido de CO es mayor, se encuentra en torno al 20% por lo que produce un desplazamiento del equilibrio de la reacción hacia la izquierda. Las atmósferas enriquecidas en CO provocan que se produzca carburación de la pieza sinterizada [24].

4.2 Densidad

Una de las propiedades fundamentales en el estudio de los aceros que se obtienen mediante pulvimetalurgia es la densidad. Esta propiedad física es especialmente importante en este tipo de aceros ya que en ella influyen muchos factores de las fases del proceso de fabricación, también sirve para evaluar esta técnica comparando otras piezas realizadas por métodos convencionales y por pulvimetalurgia de una misma composición.

Para realizar un estudio exhaustivo de la densidad se tienen que realizar dos ensayos, para hallar la densidad teórica y la densidad de sinterizado.

La densidad teórica calculada tiene un valor de:

$$\rho_t = 7,91 \text{ g/cm}^3$$

Este valor ha sido calculado con la fórmula explicada en el capítulo 3.4.2 Densidad.

$$\rho_{\text{Teórica}} = \frac{100}{\sum w_i / \rho_i} = \frac{100}{25/7,88 + 75/7,93} = 7,91 \text{ g/cm}^3$$

Dónde:

- $w(\text{PASC60}) = 25\%$; $\rho = 7,8834 \text{ g/cm}^3$
- $w(\text{AstaloyMo}) = 75\%$; $\rho = 7,9354 \text{ g/cm}^3$

Los valores de densidad de cada polvo han sido determinados con el picnómetro de Helio.

Para las composiciones de acero estudiadas se ha determinado la densidad de sinterizado siguiendo el Principio de Arquímedes como se explica en el capítulo de Materiales y Procedimiento Experimental.

La tabla 4 presenta los resultados obtenidos al medir la densidad de sinterizado de las probetas estudiadas, así como la densidad relativa calculada con los valores de densidad teórica y de sinterizado:

DENSIDAD			
Muestras	Densidad Sinterizado (g/cm^3)	Desviación estándar	Densidad Relativa (%)
0,3C - NH	7,14	0,01	90,4
0,3C - Endo	7,15	0,02	90,5
0,8C - NH	7,22	0,01	91,4
0,8C - Endo	7,24	0,01	91,7

Tabla 4. Densidades de Sinterizado y Relativas de los aceros en estudio

En los resultados que se muestran en la figura 18 se puede observar que en general los aceros con un contenido de Carbono inferior tienen una densidad de sinterizado menor en el caso de las probetas sinterizadas con un contenido de Grafito de 0,8%.

La densidad relativa también sigue el comportamiento explicado, debido a que es proporcional a la densidad de sinterizado, aunque las diferencias de valores entre las probetas sinterizadas en atmósfera de Nitrógeno y Endogás no son tan acentuadas para la composición de 0,3% de Carbono como lo son para los aceros de 0,8% en Carbono.

Los resultados que se obtienen de densidad están muy influidos por la composición de Carbono así como de su ruta de procesado y la atmósfera de sinterización. Además la temperatura también influye sobre la densidad y otras propiedades del producto final, llegándose a alcanzar densidades superiores a $7,2 \text{ g/cm}^3$.

En general el Molibdeno contribuye a favorecer la contracción durante el sinterizado, lo que se ve compensado en las probetas de mayor contenido en Carbono por un aumento de volumen relacionado con la formación de martensita. Para la atmósfera de Endogás la velocidad de enfriamiento es mayor ($1-1,5^\circ\text{C/s}$) respecto a la de $\text{N}_2\text{-H}_2$ ($0,8^\circ\text{C/s}$), por lo que el cambio de fase a martensita se ve más acentuado y como resultado densifica más.

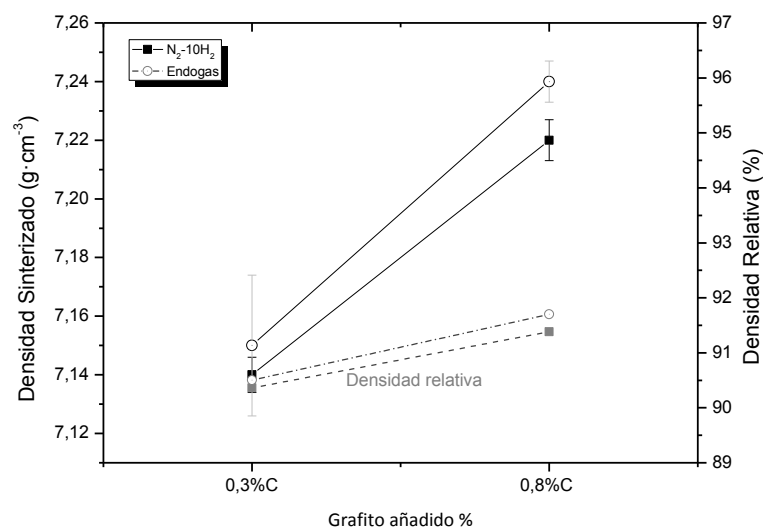


Figura 18. Densidad de los componentes sinterizados en función de la cantidad de Grafito añadido y de la atmósfera de sinterización. Las líneas discontinuas representan la densidad relativa.

Como se puede apreciar en la gráfica, el contenido en Carbono combinado marca una gran diferencia en los valores de la densidad. Esto se debe a que se desarrollan otras microestructuras (martensita y bainita) a diferencia de las probetas de menor contenido en Carbono (perlita –ferrita). Además al sinterizar piezas que contienen Molibdeno, elemento que aumenta la templabilidad permitiendo a los

prealeados que mantengan compresibilidad, en atmósferas tradicionales de Endogás además de no llevarse a cabo la reducción de todos los óxidos presentes en el polvo, se produce la formación de nuevos óxidos (se pueden detectar en los bordes de partículas). La presencia de estos óxidos evita la progresión en el proceso de sinterizado y por tanto el crecimiento de los cuellos de sinterizado. Lo que tiene como resultado que los materiales presenten un aumento en su volumen, especialmente al ser sinterizado en atmósferas de Endogás [24].

4.3 Análisis de la porosidad

Para todos los aceros estudiados se puede apreciar que no existen diferencias apreciables en la porosidad superficial. En general presenta una distribución uniforme y en la figura 24 se aprecia porosidad pequeña y redondeada debido a la adición de Fósforo como elemento de aleación.

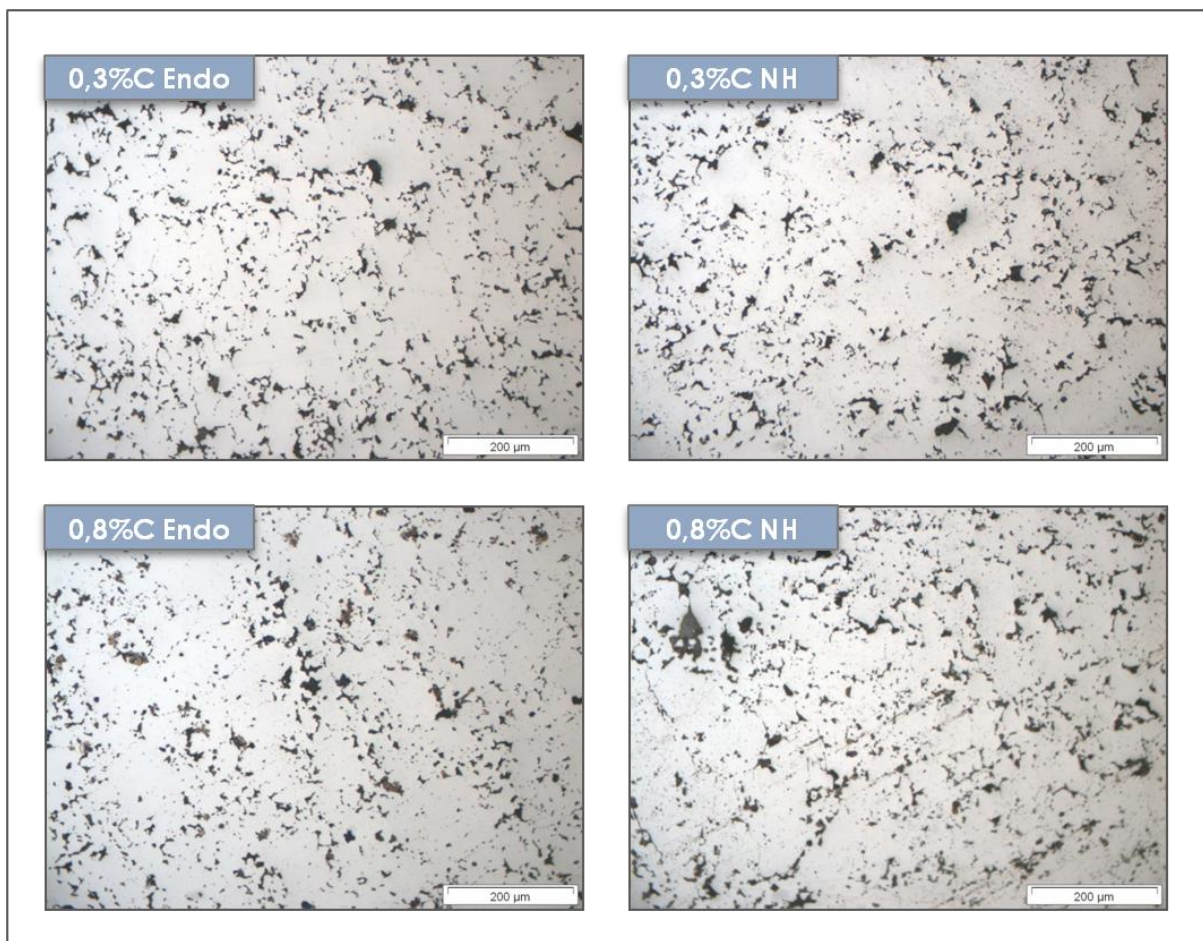


Figura 19. Porosidad de los aceros sinterizados

La porosidad tanto como la microestructura tiene una gran influencia en el rendimiento, ya que los poros no pueden soportar cargas por lo que actúan como iniciadores de grietas.

4.4 Estudio microestructural

Estudiar la microestructura de los materiales es muy importante para ser capaces de explicar muchas de sus propiedades y de los comportamientos que presenta. También nos proporciona abundante información sobre los procesos y tratamientos a los que ha sido sometido.

A continuación se pueden observar las microestructuras finales resultantes del proceso de sinterización donde tienen lugar la difusión, transformación y transición de fase de los componentes. Hay que tener en cuenta que la velocidad de enfriamiento en cada proceso de sinterización ha sido diferente (0,8 para la atmósfera N_2-H_2 y entre 1-1,5°C/s Endogás). En las imágenes se han señalado las partículas iniciales de las que provienen los microconstituyentes que forman la microestructura de los aceros estudiados. En la figura 19 se muestra la microestructura que evoluciona de cada uno de los polvos iniciales.

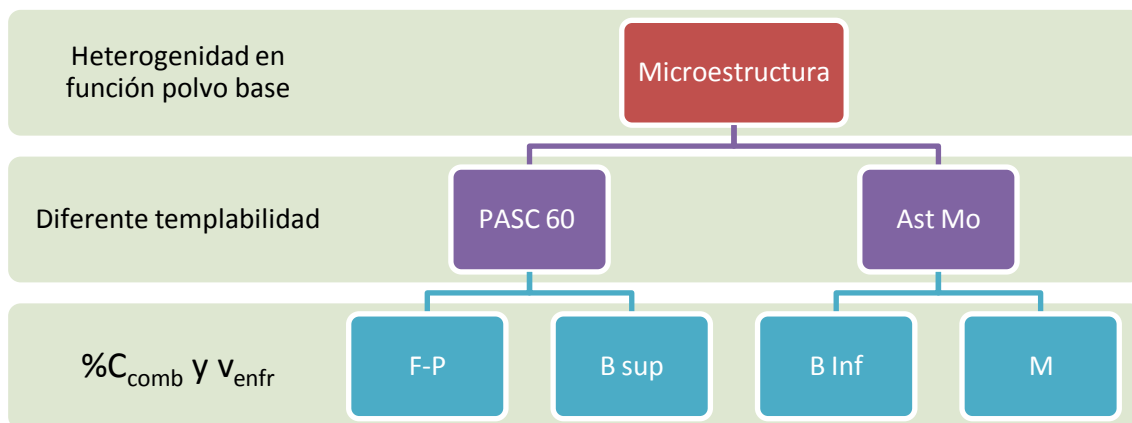


Figura 20. Esquema de la microestructura desarrollada proveniente de las partículas de los polvo empleados. F=Ferrita, P=Perlita, B_{sup} =Bainita superior, B_{inf} =Bainita inferior, M=Martensita

Las áreas identificadas en las micrografías de menos amplificación, se corresponden con las partículas iniciales del acero PASC60. Tras la sinterización evolucionan a estructuras de F+P.

Los microconstituyentes presentes dependen del contenido en Carbono combinado y la velocidad de enfriamiento (0,8 para la atmósfera de N₂-H₂ y entre 1-1,5°C/s para la de Endogás)

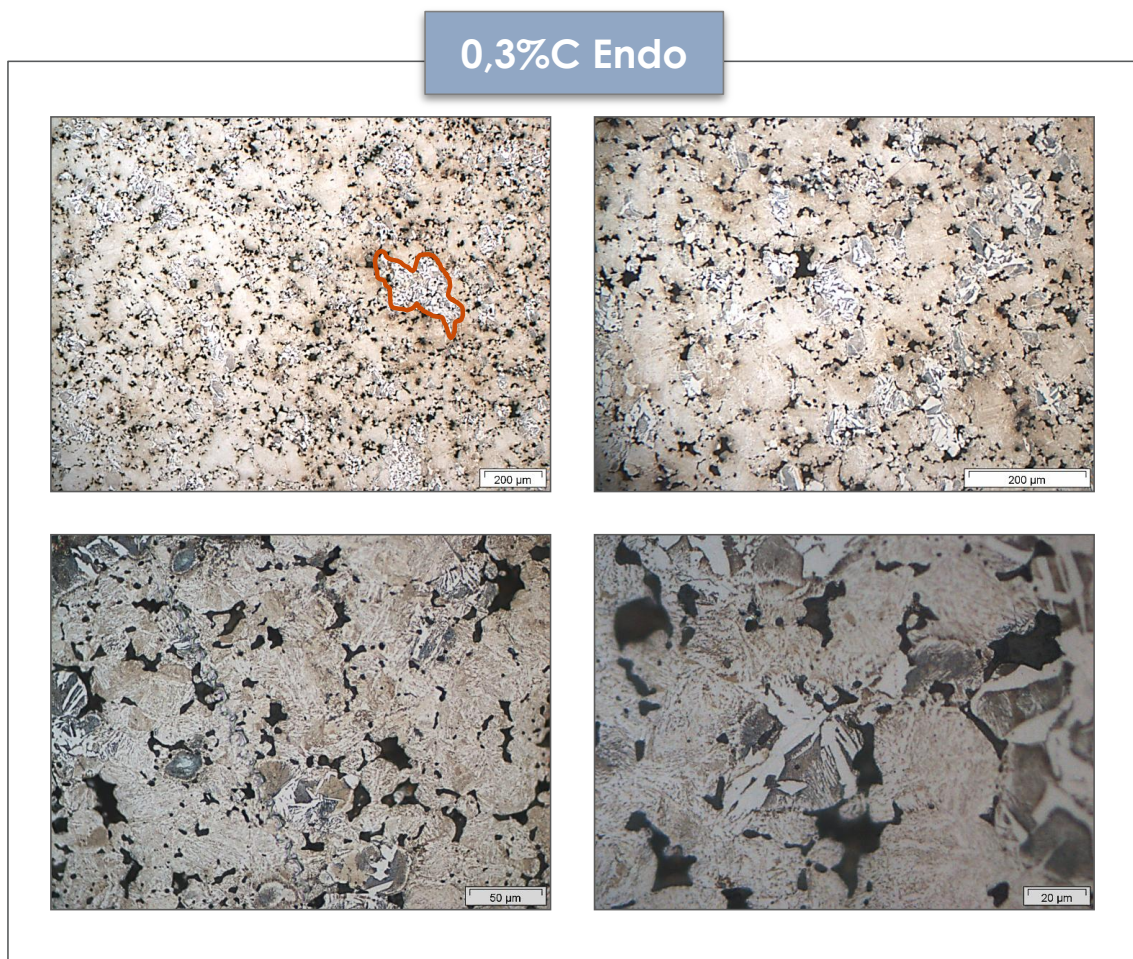


Figura 21. Microestructura de los aceros tipo 0,3%C Endo

- F+P -

En la micrografía de la figura 21 se pueden apreciar los granos que han evolucionado a una microestructura de perlita-ferrita proveniente de las partículas de polvo PASC60. En este tipo de aceros la perlita que se forma es fina, ya que su temperatura de enfriamiento es elevada. Sin embargo las zonas ferríticas son escasas, en comparación con los aceros 0,3 NH)

- B/M -

Existe más abundancia en este caso de zonas bainíticas, ya que para la atmósfera de Endogás la velocidad de enfriamiento es mayor. Aunque la proporción de partículas de polvo es 25/75% en el caso de los aceros sinterizados bajo atmósfera Endotérmica, sufren carburación por lo que su contenido en Carbono combinado aumenta, por lo tanto influye en su templabilidad y esto favorece la presencia de microestructuras bainíticas.

0,3%C NH

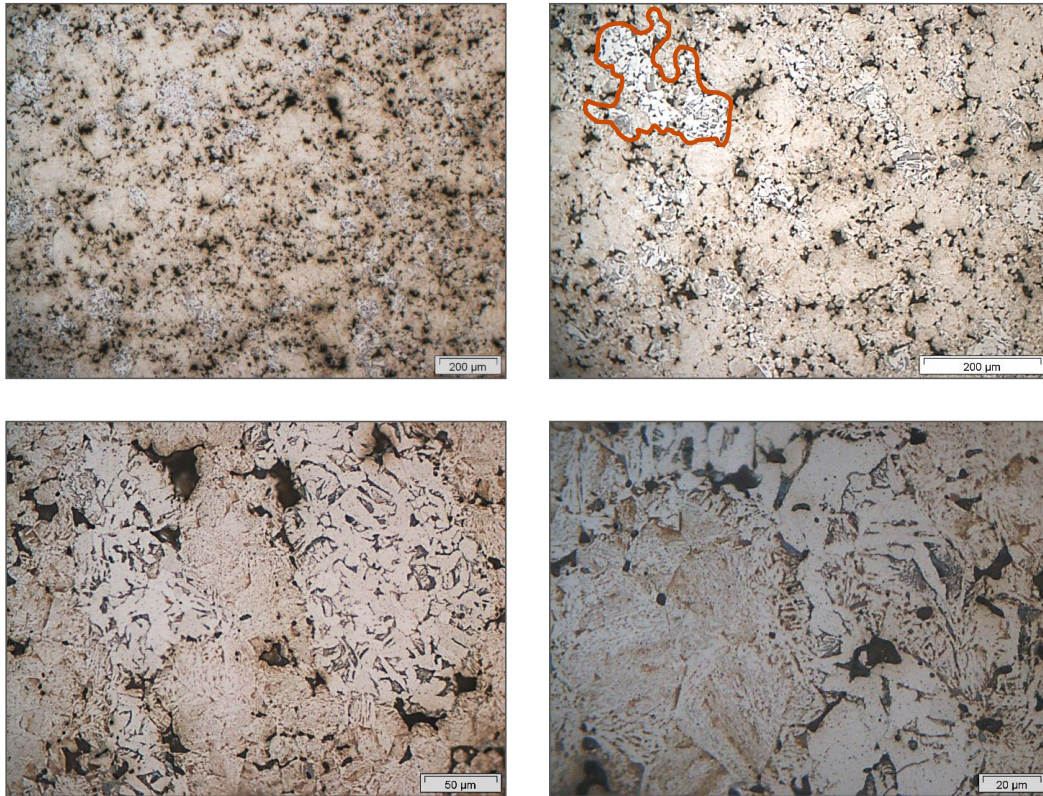


Figura 22. Microestructura de los aceros tipo 0,3%C NH

- **F+P** -

En la figura 22 se aprecian las zonas de perlita – ferrita, estas abundan en comparación con el acero anterior estudiado debido a su bajo contenido en Carbono combinado unido a la descarburación que se produce durante la sinterización. La perlita existente es perlita gruesa generalmente como resultado de la baja velocidad de enfriamiento.

- **B/M** -

Como se ha mencionado con anterioridad, este tipo de acero registra el menor contenido en Carbono combinado de los aceros estudiados. Es por esta razón, unido a la baja velocidad de enfriamiento para la atmósfera N_2-H_2 , las zonas de bainita resultan escasas.

0,8%C Endo

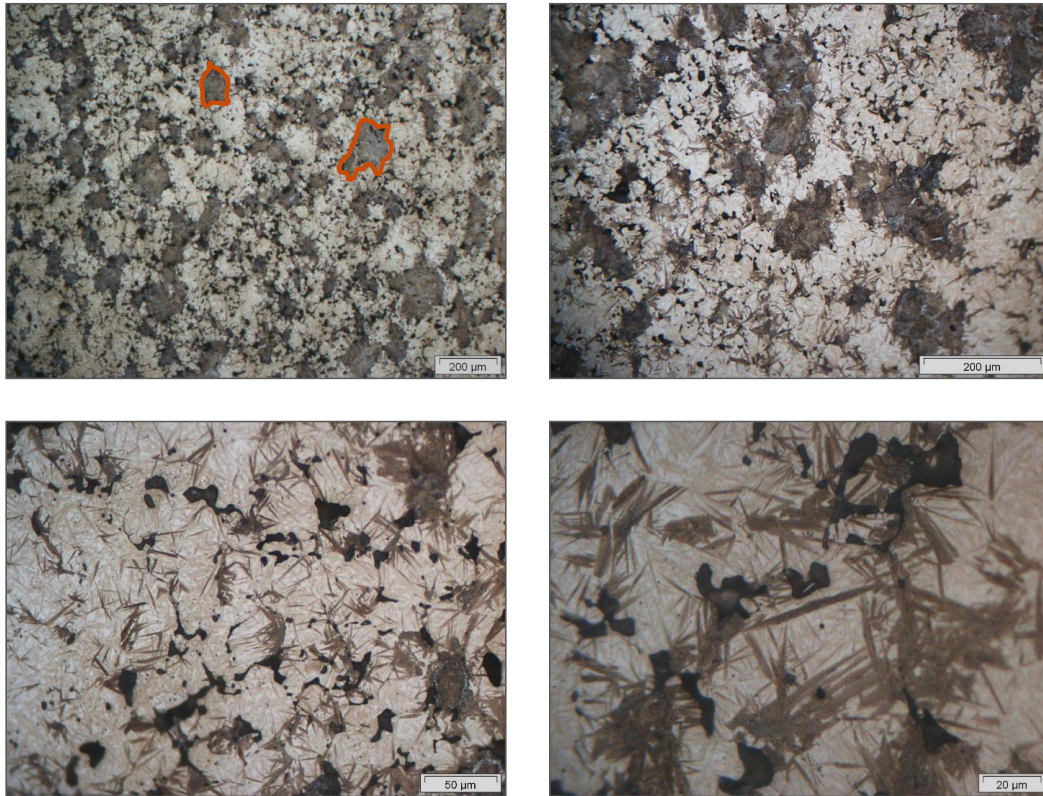


Figura 23. Microestructura de los aceros tipo 0,8%C Endo

- P-

En la figura 23 se observa la formación de perlita muy fina debido a que la velocidad de enfriamiento para Endogás es mayor ($1-1,5^{\circ}\text{C/s}$), además el elevado contenido en Carbono combinado trae como consecuencia que las zonas ferríticas sean casi inexistentes.

- B/M -

Este tipo de acero tiene el mayor contenido en Carbono combinado, ya que al ser sinterizado bajo atmósfera de Endogás se produce una ligera carburación, junto a su elevada velocidad de enfriamiento provocan la formación de microestructuras martensíticas abundantes en todo el material.

0,8%C NH

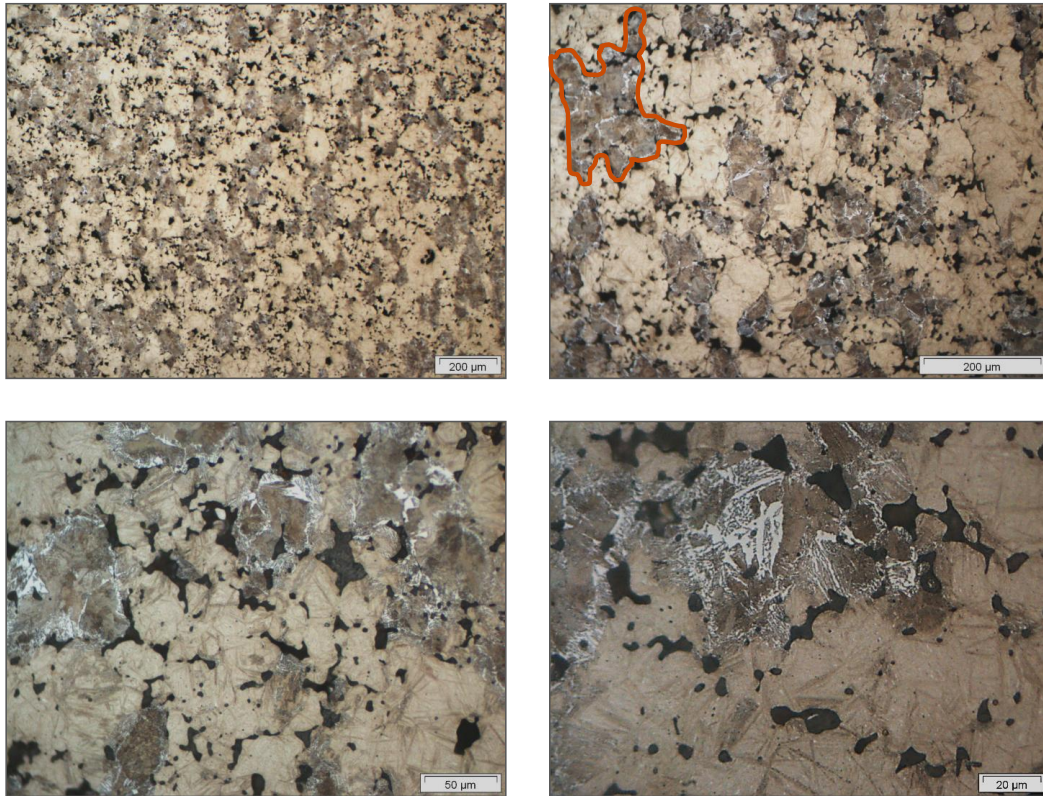


Figura 24. Microestructura de los aceros tipo 0,8%C NH

- P -

En la micrografía de la figura 24 se pueden apreciar zonas donde la matriz ferrítica casi inexistente que embebe a la perlita fina, debido a la descarburación producida por la atmósfera N_2-H_2 se pierde Carbono combinado en comparación con la cantidad inicial de Grafito añadido.

- B/M -

La microestructura que abunda es la martensítica, ya que el contenido de Grafito añadido es elevado, por tanto esto aumenta la templabilidad del acero.

4.5 Propiedades Mecánicas

El comportamiento mecánico de los aceros sinterizados viene estrechamente relacionado con la microestructura obtenida. En las secciones anteriores se ha discutido la microestructura y analizado su desarrollo para este tipo de materiales, en otras palabras su 'historia' térmica y mecánica, composición química y difusión de los elementos presentes. La 'historia' de un material puede ser examinada en su microestructura pero también esa micrografía puede ser usada para predecir, más bien cualitativamente las propiedades funcionales de los aceros sinterizados.

4.5.1 Dureza

La medición de la dureza se realizó en la dureza final, utilizando la escala Vickers. En la tabla 5 se recogen los resultados de dureza aparente para los ensayos en las probetas de los aceros en estudio.

DUREZA VICKERS HV30		
Muestras	Valor medio HV30	Desviación Estándar
0,3C - NH	176	2
0,3C - Endo	273	14
0,8C - NH	337	13
0,8C - Endo	314	17

Tabla 5. Medidas de Dureza Vickers HV30 de los aceros sinterizados

En la figura 25 se representan los valores de dureza en escala HV30 respecto al Carbono combinado (%). En la gráfica se puede apreciar en primer lugar que al aumentar la cantidad de Carbono combinado, existe un endurecimiento del material, a excepción de las muestras sinterizadas bajo atmósfera controlada de Endogás, que registra valores de dureza inferiores que las probetas sinterizadas en N_2-H_2 . El Carbono aporta templabilidad al acero, además como se ha estudiado anteriormente las piezas con mayor contenido de Carbono densifican más y esto influye en el endurecimiento.

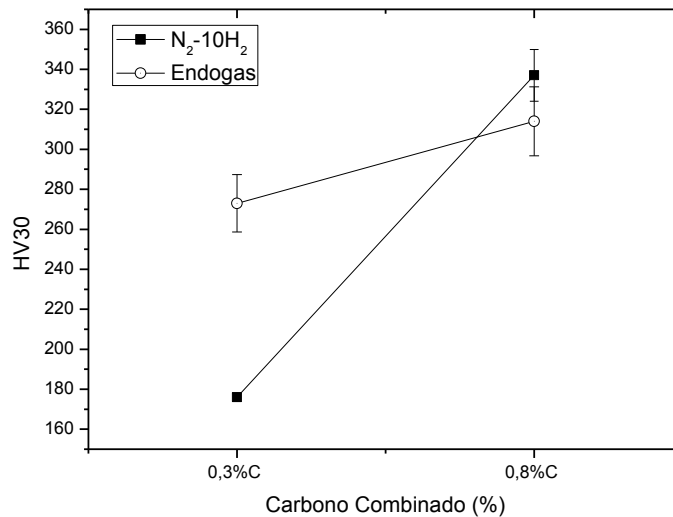


Figura 25. Dureza vs. Contenido de Carbono de los aceros sinterizados, en función de la atmósfera de sinterización

Para los materiales con Grafito añadido de 0,3% la diferencia de dureza es bastante significativa (100 puntos), en este valor influyen principalmente tres valores: Carbono combinado, tipo de atmósfera y velocidad de enfriamiento. La dureza del acero sinterizado en atmósfera de Endogás es superior ya que la cantidad de Carbono combinado tiene una diferencia de 0,11%, debido a la carburación en este tipo de atmósferas; además la velocidad de enfriamiento es también superior, por lo que adquiere mayor templabilidad. Durante el proceso de sinterización es posible que se haya producido un gran endurecimiento superficial como resultado de la cantidad de óxidos generados en este material.

Para los aceros con Grafito añadido de 0,8% ocurre lo contrario, aunque no existe una gran diferencia en los valores (20 puntos aproximadamente), la dureza de las probetas sinterizadas bajo atmósferas de N₂-H₂ es superior que para Endogás, a pesar de que su velocidad de enfriamiento sea inferior así como cantidad de Carbono combinado.

Para analizar los valores obtenidos de dureza de los aceros a estudiar es necesario conocer la microestructura obtenida para cada uno de ellos. Los menores valores de dureza registrados se encuentran en los aceros con una composición en Carbono inferior (0,3%), debido a que su microestructura está compuesta generalmente por ferrita gruesa, fina y bainita, además de grandes

zonas de ferrita. En el caso de los aceros sinterizados bajo una atmósfera de Nitrógeno la dureza es inferior debido a la abundancia de zonas ferríticas que rodean a la perlita existente, esto tiene como origen la descarburación que sufre el material. Sin embargo para los aceros que se han obtenido en una atmósfera controlada de Endogás, estas zonas ferríticas son inferiores por lo tanto se registran en general niveles de dureza superior.

Los valores de media que se obtienen en las probetas con un contenido de Carbono de 0,3% se encuentran entre 170 HV30 – 275 HV30, por otro lado las probetas con una composición rica en Carbono registra unos niveles de dureza superior a 300 HV30. Para estos aceros ocurre exactamente lo contrario, puede ser causa de la microestructura, aunque los valores son muy similares para los dos tipos de atmósfera –entre 313 HV30 y 336 HV30- es posible que al realizar la medición como existen zonas martensíticas y perlíticas las diferencias de valores de dureza en algunos casos son bastante significativas por lo que se obtienen elevados valores de desviación estándar.

4.5.2 Propiedades de Tracción

En este trabajo se han calculado los valores numéricos de varias propiedades mecánicas y se han representado gráficamente para realizar un análisis exhaustivo de su relación con el comportamiento de los aceros. En la tabla 6 se presentan los valores obtenidos en el ensayo de tracción de las probetas.

ENSAYO DE TRACCIÓN				
Muestras	Rm [MPa]	Rm Desv. Est.	Deformación (%)	Deformación Desv. Est
0,3C - NH	422	25	1,1	0,1
0,3C - Endo	455	30	0,8	0,2
0,8C - NH	500	70	0,45	0,09
0,8C - Endo	405	80	0,35	0,08

Tabla 6. Resistencia a Tracción de los aceros sinterizados en estudio

En la figura 26 se representan dos propiedades mecánicas obtenidas mediante el ensayo de tracción. En la figura superior se recogen los valores de la deformación (%) y en la inferior la Resistencia en unidades MPa versus la cantidad de Grafito añadido (%). Ambas propiedades se encuentran divididas por atmósferas de sinterización. Especialmente en la deformación se puede observar la diferencia a de valores cuando se aumenta la composición de Carbono en las piezas.

La deformación ha sido obtenida también en el ensayo de tracción mediante la colocación de galgas extensiométricas. Observándose la diferencia de valores cuando se aumenta la composición de Carbono en las piezas.

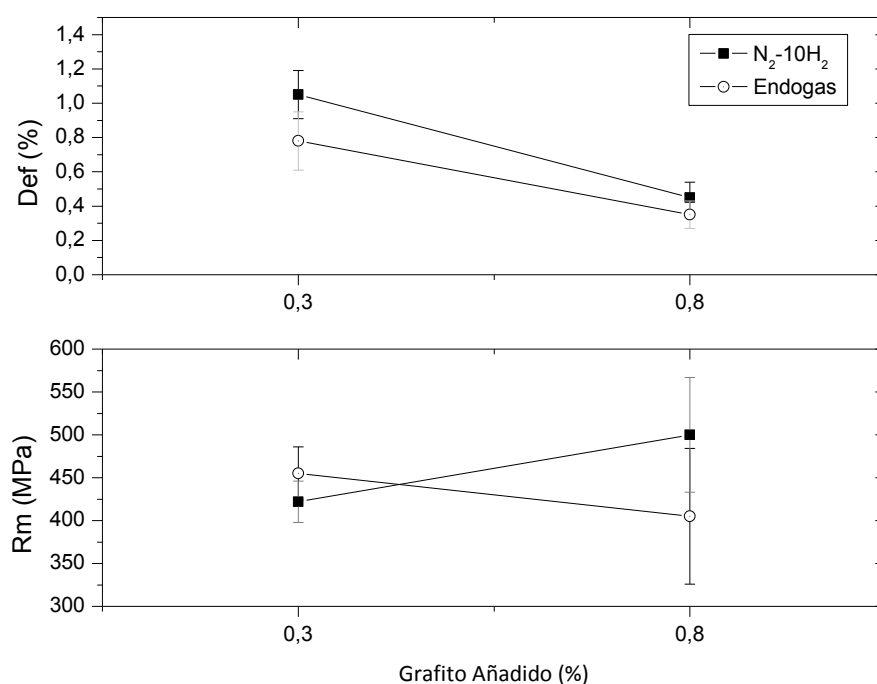


Figura 26. Ensayo de tracción para los aceros tratados con diferente atmósfera de sinterización. En el gráfico de arriba se representa la deformación (%) y en el de abajo la Rm (MPa), ambos respecto al Grafito añadido (%).

A continuación se discute la interrelación de microestructura y propiedades dependiendo del material considerado.

- 0,3 Endo -

No existe descarburación debido a la atmósfera empleada, por lo que abundan las zonas perlíticas (fina en los bordes y gruesa en el centro de la muestra) en matriz ferrítica (zonas ferríticas inferiores) con abundantes zonas de bainita. Las

propiedades mecánicas son superiores que en los aceros sinterizados en N_2-H_2 , su resistencia mecánica alcanza valores, ya que las zonas de mayor Carbono combinado le confieren mayor dureza aunque algo de fragilidad (menor deformación, inferior ductilidad al disminuir las zonas de ferrita).

Además la velocidad de enfriamiento para las probetas sinterizadas con Endogás es mayor, lo que afecta a su microestructura (formación de perlita muy fina). Este tipo de acero adquiere superior composición de Carbono combinado, debido a los efectos de la atmósfera explicados con anterioridad, por lo que adquiere mayor templabilidad y la formación de óxidos produce un endurecimiento al acero.

- 0,3 NH -

La atmósfera de N_2-H_2 ha prevenido la oxidación, pero se ha producido una gran descarburación (menor Carbono combinado) dando como resultado una microestructura con grandes zonas ferríticas que rodean islas de perlita fina, zonas bainíticas aisladas. Las propiedades mecánicas son favorables, R_m superior a 400 MPa, y buena ductilidad (deformación elevada) debido a las zonas ferríticas, aunque inferiores a las determinadas para la misma composición de Grafito añadido pero atmósfera de Endogás. Esto es debido a que para las piezas sinterizadas con N_2-H_2 la velocidad de enfriamiento es inferior, por lo que las microestructuras no endurecen en tanta medida al acero.

- 0,8 Endo -

El contenido en Carbono es superior que las anteriores muestras, además de no sufrir descarburación. Su temperatura de enfriamiento es superior que para N_2-H_2 por tanto la microestructura obtenida es martensítica, con zonas aisladas de perlita muy fina dentro de una casi inexistente matriz ferrítica. Presenta unas propiedades mecánicas de tracción más desfavorables: baja R_m (en comparación con los demás aceros de igual composición), y poca deformación (disminución de la ductilidad provocada por el alto contenido en Carbono y escasas zonas ferríticas). Estas muestras registran los mayores valores de Carbono combinado, que en combinación con la atmósfera Endogás y su alto contenido en Molibdeno favorecen la formación de óxidos y de la templabilidad, factores que pueden otorgar fragilidad a los aceros, lo que explicaría sus propiedades mecánicas.

- 0,8 NH -

Aunque en este tipo de material se ha producido el fenómeno de la descarburación y su velocidad de enfriamiento es inferior, el contenido en Carbono combinado es bastante elevado por lo que desarrolla una microestructura constituida por zonas martensíticas, perlíticas, y algunas zonas ferríticas escasas. Presenta el mayor valor de Resistencia a tracción de los aceros estudiados, cercana a los 500 MPa, y baja ductilidad (provocado por las casi inexistentes zonas ferríticas) en comparación con valores de menor contenido en Carbono combinado, aunque superior que las muestras de aceros de igual contenido en Grafito y atmósfera Endogás.

Para resumir lo analizado con anterioridad respecto a las propiedades mecánicas de los aceros sinterizados:

1. En el caso de la resistencia y otras propiedades mecánicas los aceros con mayor contenido teórico en Carbono combinado son los que registran mayores resultados (generalmente los sinterizados en Endogás, debido al proceso de carburación), a excepción de 0,8%C Endo. Esto puede ser debido probablemente a que el aumento en contenido de Carbono le otorga fragilidad a las piezas.
2. En general una velocidad de enfriamiento superior provoca mayor endurecimiento y por lo tanto mejores propiedades mecánicas.
3. Los materiales con bajo contenido en Carbono combinado registran mayores valores de deformación, debido a su microestructura (mayores zonas ferríticas), por lo que se puede concluir que estos materiales tienen mayor ductilidad.
4. También el tamaño y forma de la porosidad resulta un elemento clave para que un acero sea más o menos dúctil.
5. Para mejorar la ductilidad se podría estudiar someter a los aceros a un tratamiento de recocido antitensiones, a temperaturas suficientemente bajas para lograr relajar completamente las tensiones debidas al proceso de temple.

4.6 Comparación de Propiedades mecánicas con Aceros Comerciales PM

En la figura 27 se muestran los valores de varias propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la tracción y deformación) de diferentes aceros sinterizados comerciales, con cantidades y tipo de elementos de aleación similar a nuestros aceros en estudio; además se han considerado solamente aquellos con densidades similares a los aceros en estudio. Con el fin de poder comparar mejor el nivel de propiedades, los aceros se han agrupado atendiendo al contenido de Carbono.

En las representaciones de dureza frente a resistencia mecánica se puede apreciar que los mayores valores pertenecen a los aceros estudiados (mix NH y Endo), especialmente los de composición 0,8%C, debido a su microestructura martensítica, con apenas un 2% de elementos aleantes, en comparación con otros tipos de aceros comerciales tales como: Distaloy DC y Distaloy DH con similar contenido de Carbono.

La velocidad de enfriamiento también resulta un factor importante por el que se produce un endurecimiento especialmente en los aceros sinterizados con Endogás, lo que se traduce a una elevada dureza. Se puede observar cómo en general los valores de resistencia resultan similares a otros aceros comerciales con un contenido mayor en elementos aleantes.

La deformación en general de los aceros del mix de P-Mo-C presenta valores bastante bajos en comparación con los demás aceros comerciales, aunque esto podría cambiarse realizando un recocido antitensiones después del sinterizado para ganar ductilidad.

De este estudio se puede concluir que es posible diseñar aceros de contenido inferior al 2% en elementos de aleación con propiedades mecánicas similares a otros con contenidos mayores al 2,5%. Esto puede suponer para el fabricante un gran ahorro en materias primas, coste y por tanto disminución de la contaminación.

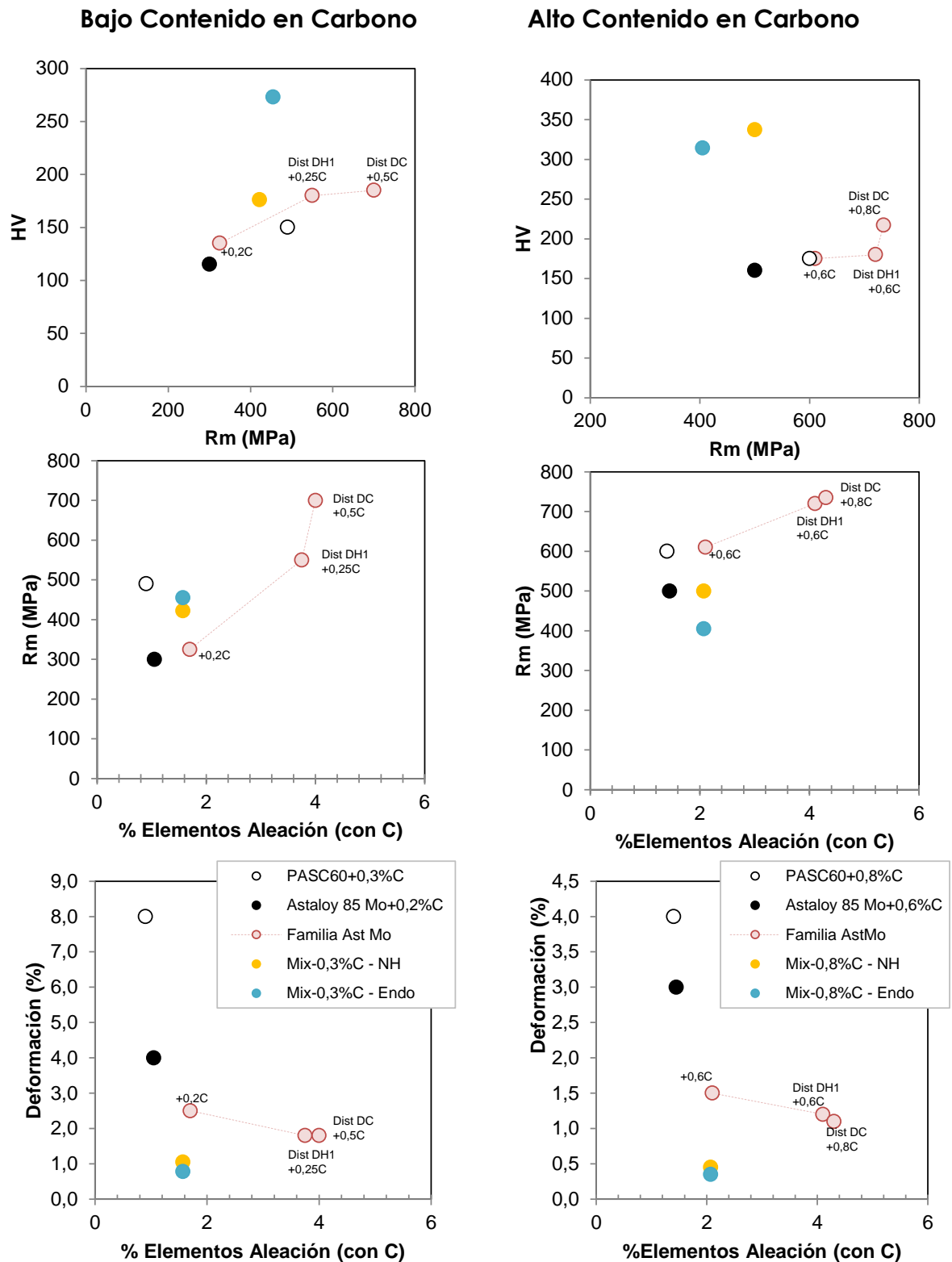


Figura 27. Comparativa propiedades. Datos extraídos de los manuales técnicos de Höganäs.[37]

PASC60: P= 589MPa, 1120°C, 30 min, Endogás
 Ast 85Mo: P= 600MPa, 1120°C, 40 min, amoniaco disociado +metano
 Ast Mo: P= 600MPa, 1120°C, 30 min, amoniaco disociado.
 Dist HP-1: P= 600MPa, 1120°C, 40 min, amoniaco disociado +metano
 Dist DC: P= 600MPa, 1120°C 30 min, Endogás +metano

5. Conclusiones

5. Conclusiones

Esta investigación plantea como principal objetivo el desarrollo de microestructuras mixtas (ferrita – perlita – bainita) en aceros sinterizados con bajo contenido en elementos de aleación. Con los resultados obtenidos y su discusión, este estudio conseguirá sentar unas bases para optimizar las rutas de procesado en la obtención de aceros con bajos contenidos en elementos de aleación y microestructuras duales. En general las conclusiones que se pueden extraer del estudio son:

- 1- La diferencia de atmósferas de sinterización varía tanto las propiedades mecánicas como su microestructura, debido a que las velocidades para cada una de ellas es distinta. Para la atmósfera de Endogás, al tener una velocidad de enfriamiento mayor se produce un mayor endurecimiento.
- 2- Se han estudiado dos tipos de composición variando su cantidad de Grafito añadido, en general los aceros con mayor contenido en Carbono combinado presentan las mejores propiedades mecánicas.
- 3- En estos aceros el contenido de elementos de aleación es especialmente bajo en comparación con los aceros comerciales generalmente utilizados, sin embargo las propiedades obtenidas resultan bastante similares. Es posible, para determinadas aplicaciones, obtener tipos de materiales a un bajo coste en materias primas que a su vez mantenga las propiedades requeridas para su desempeño.
- 4- En el estudio de los microconstituyentes se pueden apreciar para los aceros de inferior contenido en Carbono una microestructura formada por perlita y bainita, sin embargo para el contenido de 0,8% de Grafito añadido y especialmente en los aceros sinterizados con Endogás su microestructura es principalmente martensítica con zonas aisladas de perlita provenientes de las partículas de ferrofósforo.
- 5- El resultado de los ensayos mecánicos ha mostrado que el acero con 0,8C y atmósfera N₂-H₂ es considerado el material con mejores propiedades ya

que presenta una alta dureza y Resistencia a tracción, aunque su ductilidad es baja debido a su alto contenido en Carbono combinado. Teniendo en cuenta que la atmósfera de Nitrógeno tiene un coste muy elevado en comparación a la otra alternativa empleada, la atmósfera de Endogás.

- 6- Como alternativa económica (en atmósfera de sinterización y % Elementos de aleación) resulta muy buena elección el acero de composición 0,3C y sinterizado bajo atmósfera Endotérmica, ya que aunque los valores de dureza no son muy elevados presenta buenas propiedades mecánicas en general, así como una microestructura dual: perlita – bainita, como se perseguía en los objetivos principales de esta investigación.

Como conclusión de esta investigación: Se ha conseguido diseñar una ruta de procesamiento industrial para una familia de aceros sinterizados de baja aleación y altas prestaciones, utilizando polvos metálicos comerciales y disponibles para su compra en el mercado. Se ha comprobado que las propiedades obtenidas por dichos materiales son comparables a las de los aceros comerciales con mayor cantidad de elementos de aleación y precio.

6. Bibliografía

Bibliografía

- [1] Anish Upadhyaya, G S Upadhyaya. "Powder Metallurgy: Science, Technology and Materials". Universities Press (India) Private Limited. 2011
- [2] F. R. Morral, Emilio Jimeno, P. Molera. "Metalurgia general, Volumen 2". Reverte, 1985. Capítulo 25.
- [3] BAS, J.A., La Pulvimetalurgia y su Aplicación en la Industria de Automoción. Revista de la Sociedad de Técnicos de Automoción, 2005.
- [4] FRYKHOLM, R., LITSTRÖM, O., Heat Treatment of Distaloy AQ - Processing Aspects and Properties Achievable. Proceedings World PM Congress, Yokohama (Japón), 2012.
- [5] German, R. M. (2005). Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing. Princenton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation.
- [6] ASM Handbook Committee (1984). Metals Handbook Ninth Edition Volume 7 Powder Metallurgy. Ohio: American Society for Metals.
- [7] Gordon Dowson. "Powder Metallurgy: The process and its products". Adam Hilger. 1990. Págs 19-29
- [8] Andrew J. Yule and John J. Dunkley, "Atomization of Melts". Oxford series on advanced manufacturing. Clarendon Press. 1994.
- [9] Internet:
<http://www.miliarium.com/paginas/prontu/Tablas/Aguas/PropiedadesFisicasAguas.htm>
- [10] Samuel Bradbury. "Powder Metallurgy Equipment Manual". Third Edition. Metal Powder Industries Federation 1986. Págs 5-10

-
- [11] Randall M. German, "Powder Metallurgy of Iron and Steel". John Wiley & Sons, Inc. 1998. Canada. Págs 128-180.
- [12] Leander F. Pease, III & William G. West. "Fundamentals of Powder Metallurgy". Metal Powder Industries Federation. 2002. New Jersey, USA
- [13] Ingrid Hauer (Höganäs AB, Sweden) Mats Larsson (Höganäs AB, Sweden), Ulf Engström (North American Höganäs, USA). "Properties of high-strength PM materials obtained by different compaction methods in combination with high temperature sintering."
- [14] P. Beiss, K. Dalal & R. Peters. "International Atlas of Powder Metallurgical Microstructures". MPIF. New Jersey, USA.
- [15] C. Ferrer Giménez, V. Amigó Borrás, "Tecnología de Materiales". Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales, Univ. Politécnica de Valencia. Ed. UPV. 2003.
- [16] Werner Schatt, Klaus-Peter Wieters. "Powder Metallurgy: processing and materials". EPMA: European Powder Metallurgy Association. Dresden, Germany. 1997. Págs 147-177.
- [17] The Linde Group. "Furnace atmospheres No. 8, Sintering of Steels". SINTERFLEX (a trademark of The Linde Group). October, 2011.
- [18] J. S. Colton. "ME 4210: Manufacturing Processes and Engineering". GIT: Georgia Institute of Technology. 2009
- [19] Andrej Šalák, M. Selecka, Herbert Danninger. "Machinability of Powder Metallurgy Steels". Cambridge Int Science Publishing. 2005
- [20] F. Thümmeler and R. Oberacker. "Introduction to Powder Metallurgy". Series Editors: I. Jenkins and J. V. Wood. The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy. 1993. Págs 248-251

-
- [21] MPIF. Metal Powder Industries Federation. "Powder Metallurgy Design Manual. 2nd Edition". ISBN 1878954-54-7. 1995. Págs 93-104. 4.1.2.2 The Sintering Atmosphere.
- [22] Andrej Šalák. "Ferrous Powder Metallurgy". Cambridge International Science Publishing. 1995. Págs: 204-218
- [23] I. Jenkins and J. V. Wood. "Powder Metallurgy – An Overview". The Institute of Metals. 1991. ISBN: 0-901462-81-0. Págs 208-219.
- [24] Piedad García Álvarez. Tesis Doctoral: "Aceros sinterizados de altas prestaciones y baja aleación para la industrialización de cubos sincronizadores". Directores: Mónica Campos Gómez y José Manuel Torralba Castelló. Universidad Carlos III de Madrid. 2013. Págs 40-46.
- [25] Oro, Raquel. Tesis Doctoral. "Diseño de Aleaciones Maestras para la Sinterización con Fase Líquida de Aceros al Mn-Si". Directores: Mónica Campos Gómez, José Manuel Torralba Castelló. Leganés, Marzo 2012.
- [26] Miguel de Dios Pérez. PFC: "Estudio de la Sinterización de Nuevos Aceros de Baja Aleación que contienen Elementos de Aleación de Elevada Afinidad por el Oxígeno." Directora: Dra. Raquel de Oro Calderón. 2012
- [27] Ruiz Prieto J. H. "Manual de Pulvimetalurgia". Höganäs Chair in Powder Metallurgy. 1999. Universidad Politécnica de Madrid y Universidad Carlos III de Madrid.
- [28] Wen-Fung Wang, "Effect of alloying elements and processing factors on the microstructure and hardness of sintered and induction-hardened Fe-C-Cu alloys". Department of Mechanical Engineering, Southern Taiwan University of Technology, Tainan, Taiwan. April 2005. Materials Science and Engineering A 402 (2005) 92-97

-
- [29] N. Candela, F. Velasco, M. A. Martínez, J. M. Torralba. "Influence of microstructure on mechanical properties of molybdenum alloyed P/M steels". Journal of Materials Processing Technology. October 2005. Pages 505-510.
- [30] ASM Metals Handbook Vol.3 ASM International 1992
- [31] TURBULA SYST, "Manual del Mezclador dinámico tridimensional" Willy A. Bachofen AG Maschinenfabrik. Basel / Switzerland. <http://www.wab.ch>.
- [32] American Society for Testing and Materials Test Method E8M-04 Standard. "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials [Metric]".
- [33] International Standard MPIF 42, "Determination of Density of Compacted or Sintered Metal Powder Products".
- [34] S. M. Walley, "Historical origins of indentation hardness testing". Materials Science and Technology 2012 VOL 28 NO 9-10
- [35] Internet:
<http://www.hardnesstesters.com/Applications/Vickers-Hardness-Testing.aspx>
- [36] American Society for Testing and Materials Test Method E8/E8M-11 Standard, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials".
- [37] "Höganäs Iron and Steel Powders for Sintered Components". Handbook No.0